

Einfluss des Pulverauftrags beim Metal Binder Jetting

Vom Fachbereich Produktionstechnik
der
UNIVERSITÄT BREMEN

zur Erlangung des Grades
Doktor der Ingenieurwissenschaften (Dr.-Ing.)
genehmigte

Dissertation
von
M.Sc. Bastian Barthel

Gutachter: Prof. Dr.-Ing. habil. Matthias Busse
Prof. Dr.-Ing. Vasily Ploshikhin

Tag der mündlichen Prüfung: 15.04.2024

Vorwort

Die vorliegende Arbeit entstand im Rahmen meiner Tätigkeit als Wissenschaftlicher Mitarbeiter der Universität Bremen und als Projektleiter in der Gruppe Additive Fertigung der Abteilung Pulvertechnologie am Fraunhofer-Institut für Fertigungstechnik und Angewandte Materialforschung (IFAM) in Bremen. Mein besonderer Dank gilt Prof. Dr.-Ing. habil. Matthias Busse für das Ermöglichen dieser Arbeit, die Übernahme des Hauptreferats und das entgegengebrachte Vertrauen während unserer Zusammenarbeit. Ebenso möchte ich mich bei Prof. Dr.-Ing. Vasily Ploshikhin für die Übernahme des Korreferats herzlicher bedanken. Mein Dank gilt ebenfalls den weiteren Mitgliedern des Prüfungsausschusses Prof. Dr.-Ing. habil. Rainer Fechte-Heinen, Prof. Dr. Jens Telgkamp, Marina Terlau und Andrea Cogotti.

Einen großen Dank möchte ich Frank Petzoldt für die fachliche Betreuung, die hilfreichen Diskussionen und die kritischen Rückmeldungen aussprechen, die maßgeblich zur Verbesserung dieser Arbeit beigetragen haben. Zudem möchte ich mich dafür bedanken, dass Frank mich damals von dem zu Beginn noch relativ unbekanntem Binder Jetting überzeugt hat und mir die Möglichkeit gegeben hat, meine Dissertation parallel zu meiner Projektarbeit durchzuführen. Herzlichen Dank auch an Sandra Wieland und Sebastian Boris Hein für den engen fachlichen Austausch, die hilfreichen Diskussionen und das intensive Korrekturlesen meiner Arbeit. Ich möchte mich auch bei meinen ehemaligen studentischen Mitarbeitenden Frederik Janas und Leon Weißenhorn bedanken, deren Untersuchungen maßgeblich zum Erfolg dieser Arbeit beigetragen haben. Vielen Dank an Dagmar Fischer für das Gegenlesen meiner Arbeit. Weiterhin möchte ich für die Unterstützung meiner ehemaligen Kollegen Claus Aumund-Kopp, Michael Norda, Lea Reineke, Christian Weck, Finn Figur, Axel Krebs und dem Team der Metallographie bedanken.

Ein besonderer Dank gilt meinen Freunden und meiner Familie, die mich in den vergangenen Jahren begleitet, unterstützt und abgelenkt haben.

Kurzfassung

Metal Binder Jetting (MBJ) ist ein additives Fertigungsverfahren, bei dem ein Binder lokalisiert schichtweise in ein aufgetragenes Pulverbett eingebracht wird. Nach dem Aushärten des Binders werden die Grünteile entpulvert und in einem Entbinder- und Sinterprozess zu einem dichten Bauteil konsolidiert. Das Verdichtungsverhalten hängt von der Homogenität des Grünteils, seiner Packungsdichte und der Sinteraktivität ab. Der Einfluss der Pulvereigenschaften, der Umgebungsbedingungen und der Prozessparameter des Pulverauftrags auf die Pulverbettdichte, sowie die Grün- und Sinterteileigenschaften soll in der vorliegenden Arbeit herausgearbeitet werden.

In einer umfassenden Varianzanalyse zu den Prozessparametern des Pulverauftrags anhand des Edelstahl 316L wurde festgestellt, dass sowohl die Trocknung von Pulvern den Einfluss der Pulverauftragsparameter erhöht. Die Schichtstärke zeigte sich als einer der einflussreichsten Parameter. Eine höhere Schichtstärke führt zu einer geringeren Grünteildichte und inhomogeneren Grünteilen. Der Pulverauftrag mittels gegenläufig rotierendem Roller und der Bindereintrag verursachen Dichteschwankungen und Entmischungen der Partikel im Grünteil, die bei höherer Schichtdicke stärker ausgeprägt sind. Daraus resultiert eine lokal niedrigere Pulverpackung in den Grünteilen, die einerseits zu Zwischenschichtporosität von Sinterteilen und niedrigeren Sinterdichten führen. Andererseits ist das anisotrope Schwindungsverhalten des MBJ darauf zurückzuführen.

Bei der Verarbeitung von Pulvern mit mittleren Partikelgrößen D_{50} zwischen 5 und 26 μm nimmt die Pulverbettdichte bei kleineren Partikelgrößen ab. Die höchsten Grünteildichten werden bei mittleren Partikelgrößen erreicht, da bei gröberem Pulvern aufgrund ihrer geringeren Kohäsion durch den Tropfenaufrall des Bindereintrags ein höherer Anteil an Partikeln ausgeschossen wird. Beim Sinterverhalten zeigen feine und mittlere Partikelgrößen ähnliche Sinterdichten. Die höhere Sinteraktivität der feinen Pulver, wird durch die höhere Grünteildichte der mittleren Partikelgrößen ausgeglichen.

In dieser Arbeit wurde ein Zusammenhang zwischen den Partikeleigenschaften und der Pulverbettdichte herausgearbeitet. Die spezifische Oberfläche des Pulvers, die Partikelgrößenverteilung und die Schichtstärke ermöglichen eine präzise Vorhersage der Pulverbettdichte. Hierbei besitzen die spezifische Oberfläche des Pulvers und die Schichtstärke den größten Einfluss auf die Pulverbettdichte. Je gröber das Pulver und je niedriger die Schichtstärke, desto höher ist die Pulverbettdichte. Darüber hinaus zeigen die Untersuchungen, dass die Klopfdichte als Annäherung für die Pulverbettdichte herangezogen werden kann, wenn die Schichtstärke zwischen dem 2,5 und 5-fachen der mittleren Partikelgröße D_{50} liegt.

Abstract

Metal Binder Jetting (MBJ) is an additive manufacturing process where a binder is locally applied layer by layer into an applied powder bed. After curing of the binder, the green parts are depowdered, debinded and consolidated into a dense part in a sintering process. The densification behavior depends on the homogeneity of the green part, its packing density and the sintering activity. The influence of the powder properties, the ambient conditions and the process parameters of the powder application on the powder bed density, as well as the green and sintered part properties will be elaborated in the present work.

In a comprehensive analysis of variance on the process parameters of the powder application using 316L stainless steel, it was found that the drying of powders increases the statistical influence of the powder application parameters. The layer thickness was one of the most influential parameters. A higher layer thickness leads to a lower green part density and more inhomogeneous green parts. The powder application by a counter-rotating roller and the binder application cause density fluctuations and segregation of the particles in the green part, which become more pronounced with higher layer thickness. This results in locally powder packing in the green parts, which on the one hand leads to interlayer porosity of sintered parts and lower sintering densities. On the other hand, the anisotropic shrinkage behavior of the MBJ can be traced back to this.

In the processing of powders with average particle sizes D_{50} between 5 and 26 μm , the powder bed density decreases with smaller particle size. The highest green part densities are achieved with medium particle sizes, as the lower cohesion of coarser powders results in a higher mass of ejected particles due to the droplet impact of the binder application. Regarding the sintering behavior, fine and medium particle sizes show similar sintering densities. The higher sintering activity of the fine powders is compensated by the higher green part density of the medium particle sizes.

In this work, a relationship between the particle properties and the powder bed density was elaborated. The specific surface area of the powder, the particle size distribution and the layer thickness allow a precise prediction of the powder bed density. The specific surface area of the powder and the layer thickness have the largest influence on the powder bed density. The coarser the powder and the lower the layer thickness, the higher the powder bed density. Furthermore, the investigations show that the tap density can be used as an approximation for the powder bed density if the layer thickness is between 2.5 and 5 times the average particle size D_{50} .

Inhaltsverzeichnis

Vorwort	1
Kurzfassung	2
Abstract	3
Inhaltsverzeichnis	4
1 Einleitung	7
2 Stand der Technik	9
2.1 Metal Binder Jetting	9
2.2 Pulvereigenschaften	12
2.2.1 Partikelmorphologie	14
2.2.2 Partikelgrößenverteilung	15
2.2.3 Fließeigenschaften und Fließfähigkeit	17
2.2.4 Packungseigenschaften	22
2.3 Pulverauftrag	24
2.3.1 Auftragsmethoden	25
2.3.2 Schichtstärke	27
2.3.3 Rollerdurchmesser	28
2.3.4 Auftragsgeschwindigkeit	28
2.3.5 Rollerumdrehungsgeschwindigkeit	29
2.3.6 Supply-to-Spread Ratio	29
2.4 Bindereintrag	29
2.4.1 Bindereigenschaften	30
2.4.2 Pulver-Binder-Interaktion	30
2.5 Sinterprozess	33
2.6 Werkstoff 316L	35
2.7 Fazit zum Stand der Technik	36
3 Fragestellung	39
3.1 Vorgehensweise	39
4 Experimentelle Methoden	42
4.1 Ausgangspulver	42
4.2 Pulveranalytik	42
4.2.1 Partikelmorphologie	42
4.2.2 Partikelgrößenverteilung	42
4.2.3 Fließfähigkeit	43
4.2.4 Packungsdichte	43
4.2.5 Spezifische Oberfläche	43
4.2.6 Pyknometrische Dichte	43
4.3 Probenherstellung	44
4.3.1 Pulveraufbereitung	44
4.3.2 Druckprozess	45
4.3.3 Entbindern und Sintern	47

4.4	Charakterisierung der Probenkörper	48
4.4.1	Pulverbettichte	48
4.4.2	Grünteildichte	49
4.4.3	Sinterdichte	49
4.4.4	Schwindung	50
4.4.5	Grün- und Sinterteilstruktur	50
4.4.6	Gefügestruktur und Porosität	50
4.5	Varianzanalyse	51
5	Phase I: Screening der Einflussfaktoren	53
5.1	Einleitung Phase I	53
5.2	Ergebnisse Phase I	54
5.2.1	Pulver	54
5.2.2	Grünteile	55
5.2.3	Sinterteile	57
5.3	Diskussion Phase I	58
5.3.1	Pulver	58
5.3.2	Prozessparameter	59
5.3.3	Beziehung zwischen Grünteil- und Sinterdichte	61
5.4	Fazit Phase I	61
6	Phase II: Charakterisierung der Einflussfaktoren	63
6.1	Einleitung Phase II	63
6.2	Ergebnisse Phase II	64
6.2.1	Pulver	64
6.2.2	Grünteile	64
6.2.3	Sinterteile	67
6.2.4	Schwindung	70
6.3	Diskussion Phase II	72
6.3.1	Grünteile	72
6.3.2	Sinterteile	73
6.3.3	Schwindung	75
6.4	Fazit Phase II	76
7	Phase III: Einfluss von Partikelgröße und Schichtstärke	77
7.1	Einleitung Phase III	77
7.2	Ergebnisse Phase III	78
7.2.1	Pulver	78
7.2.2	Pulverbett	84
7.2.3	Grünteile	85
7.2.4	Sinterteile	89
7.2.5	Schwindung	95
7.3	Diskussion Phase III	100
7.3.1	Pulver	100
7.3.2	Pulverbett	101

7.3.3	Grünteile	105
7.3.4	Sinterteile	107
7.3.5	Schwindung	108
7.4	Fazit Phase III	109
8	Zusammenfassung	111
9	Ausblick	114
10	Literaturangaben	116
11	Abkürzungs- & Symbolverzeichnis	131
	Publikationen des Autors zum Metal Binder Jetting.....	133
	Studentische Arbeiten	134
A.	Anhang.....	135

1 Einleitung

Durch die Entwicklung Additiver Fertigungsverfahren (englisch. Additive Manufacturing; AM) eröffnete sich die Möglichkeit, die geometrische Komplexität von technischen Bauteilen deutlich zu erhöhen. Bei der werkzeuglosen Herstellung des Bauteils direkt aus den Daten des CAD-Modells wird nur dort Material hinzugefügt, wo es benötigt wird. Dadurch können Bauteile in ihrer Topologie optimiert werden, wodurch Gewicht und Platz eingespart und die Leistungsfähigkeit der Bauteile erhöht werden kann. AM erleichtert die Funktionsintegration und Integralbauweise von Bauteilen, wodurch das Prüfen einzelner Komponenten und anschließende Fügen entfällt. Ein weiterer Vorteil sind die kürzeren Vorlaufzeiten und die höhere Flexibilität der Additiven Fertigung gegenüber herkömmlichen Fertigungsverfahren.

Unter den additiven Fertigungsverfahren für Metalle gewinnt das Metal Binder Jetting (MBJ) zunehmend an Bedeutung. Beim MBJ wird Pulver schichtweise aufgetragen und Binder selektiv eingedruckt, wo die Bauteilgeometrie entstehen soll. Nach dem Aushärten des Binders und dem Entpulvern wird der gedruckte Grünkörper in einem Entbinderungs- und Sinterprozess zu einem dichten Bauteil konsolidiert. Der Prozess ermöglicht eine hohe Produktivität, wodurch Kostenvorteile bei insbesondere kleinen und mittleren Bauteilgrößen erzielt werden können. Gegenüber den strahl-basierten Metall AM Verfahren kann zudem eine größere Vielfalt an Materialien verarbeitet werden, da während des Druckens keine thermisch induzierten Spannungen entstehen. Um das MBJ für die Serienfertigung nutzen zu können, müssen Bauteile mit hoher Dichte reproduzierbar hergestellt werden.

Für eine hohe Verdichtung der Bauteile beim Sintern sind Grünteile mit einer möglichst dichten und homogenen Pulverpackung erforderlich, die zudem eine hohe Sinteraktivität aufweisen. Feine Pulver besitzen diese hohe Sinteraktivität aufgrund ihrer großen spezifischen Oberfläche. Die große spezifische Oberfläche führt jedoch auch zu stärkeren Wechselwirkungen zwischen den Partikeln. Die interpartikulären Wechselwirkungen werden darüber hinaus durch die Interaktion der Partikeloberfläche mit der Umgebung, wie z.B. Luftfeuchtigkeit, beeinflusst. Stärkere interpartikuläre Wechselwirkungen erhöhen die Kohäsivität der Pulver, wodurch die Fließfähigkeit, die Packungseigenschaften und die Grünteildichte verringert werden. Durch die geringere Anzahl an Kontaktpunkten zwischen den Partikeln wird jedoch die Verdichtung beeinträchtigt. Bei der Verarbeitung des Pulvers mittels MBJ werden durch den Pulverauftrag, Kräfte auf das Pulver ausgeübt, die das Packungsverhalten und die Eigenschaften der Grünteile ebenfalls beeinflussen. Mit dem Schichtauftrag der feinen und kohäsiven Pulver ergeben sich beim MBJ somit neue Herausforderungen.

Die in der vorliegenden Arbeit durchgeführten Untersuchungen zum Pulverauftrag beim MBJ sollen einen Beitrag zum grundlegenden Verständnis zum Einfluss der Pulvereigenschaften und der Auftragsparameter ermöglichen, welches elementar für die erfolgreiche Anwendung des MBJ in der Serienfertigung von dichten Bauteilen ist.

In der Arbeit werden zunächst der Stand der Technik (Kapitel 2), die daraus abgeleitete Zielstellung (Kapitel 3) und die experimentellen Methoden (Kapitel 4) dargelegt. Die in der Zielsetzung definierten wissenschaftlichen Fragestellungen werden in den folgenden Abschnitten in drei einzelnen Phasen behandelt. Zunächst wird in einem Screening untersucht, wie sich die Pulverauftragsparameter und der Konditionierungszustand des Pulvers auf die Grün- und Sinterdichte, sowie auf die Schwindung auswirkt (Kapitel 5). Darauf basierend werden die einflussreichsten Auftragsparameter in umfassenden Untersuchungen genauer charakterisiert (Kapitel 6). In der letzten Phase wird das Auftragsverhalten verschiedener Partikelgrößenverteilungen in Abhängigkeit der Schichtstärke untersucht und eine Beziehung zwischen den Pulvereigenschaften und dem Prozessverhalten der Pulver hergestellt (Kapitel 7). Die in den einzelnen Phasen gewonnenen Erkenntnisse werden in Kapitel 8 zusammengefasst. Anschließend wird im Ausblick (Kapitel 9) weitergehender Forschungsbedarf aufgezeigt.

2 Stand der Technik

2.1 Metal Binder Jetting

Das MBJ ist ein additives Fertigungsverfahren zur Herstellung endformnaher Metallbauteile. Es kombiniert die Formgebungsfreiheit der additiven Fertigung mit der Materialvielfalt der sinterbasierten, pulvermetallurgischen Fertigungsverfahren. Das MBJ geht zurück auf einen am Massachusetts Institute of Technology entwickelten Prozess, bei dem ein Glycerin-Wasser-Binder über einen thermischen Inkjet-Druckkopf in ein Gipspulver eingedruckt wurde. Das Verfahren wurde 1993 unter der Bezeichnung *3D Drucken* (original: Three-Dimensional Printing Techniques) patentiert [1]. Das Unternehmen Z Corporation kommerzialiserte das Verfahren zur Herstellung von vollfarbigen Prototypen für die Architektur und das Maschinendesign. Da die porösen Bauteile nur eine geringe Festigkeit aufwiesen, wurden sie in niedrigviskose Harze getaucht, welche durch die Kapillarkräfte in die Teile eindrangen und so die Festigkeit steigerten [2].

Bei der ebenfalls früh erforschten Verarbeitung von Metallen [3] ergaben sich ähnliche Herausforderungen, weshalb es bis 2005 dauerte, bis das Unternehmen ExOne, das Binder Jetting von rostfreiem Edelstahl kommerzialiserte. Der poröse Edelstahlkörper wurde dabei mit Bronze infiltriert, wodurch ein Metallmatrix-Verbundwerkstoff (englisch: Metal Matrix Composite; MMC) entstand [4]. Mit dem voranschreiten der Technologie wurde die Verarbeitung feiner Metallpulver mit einer Partikelgröße kleiner 20 µm möglich, wie sie üblicherweise beim Metallpulverspritzguss (englisch: Metal Injection Moulding, MIM) verwendet werden [5]. Durch die höhere Sinteraktivität der Pulver konnten Bauteile unter Schwindung dichtgesintert werden. Die hergestellten Bauteile [6] besitzen überlegene Eigenschaften gegenüber MMCs [7] und erreichten die Eigenschaften von MIM-Bauteilen [8].

Prozessbeschreibung

In Abbildung 2-1 ist die Prozesskette des MBJ schematisch dargestellt. Das CAD-Modell der Bauteilgeometrie wird virtuell in Schichten geschnitten. Das metallische Ausgangspulver wird schichtweise aufgezogen. Über einen Druckkopf wird gezielt Binder in die Pulverschicht eingebracht. Durch eine Wärmequelle wird die Oberfläche des Pulverbetts erwärmt und das Lösemittel des Binders getrocknet. Diese Prozessschritte werden wiederholt, bis die Bauteilgeometrie vollständig aufgebaut ist. Das gesamte Pulverbett wird anschließend erwärmt, um den Binder auszuhärten. Die Grünteile werden aus dem Pulverbett entnommen und vom Restpulver befreit. In einem kombinierten Ofenprozess erfolgen die thermische Zersetzung des Binders und die Verdichtung des Pulverkörpers. Hierbei schwindet das Bauteil auf das Endmaß.

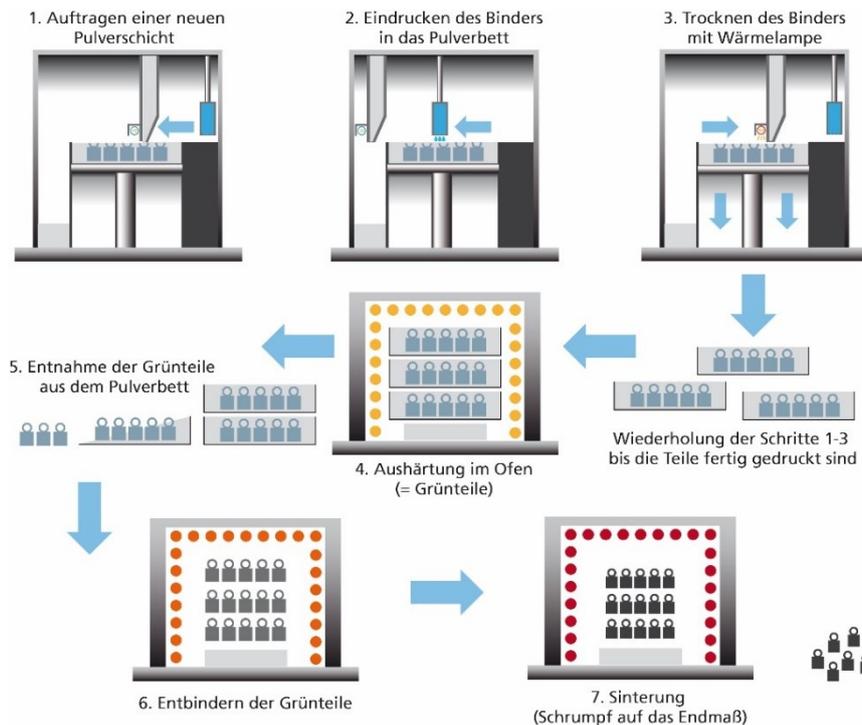


Abbildung 2-1: Schematisch dargestellter Binder Jetting-Prozess

Eingliederung in andere Fertigungsverfahren

Innerhalb der Fertigungsverfahren nach DIN 8580 gehört das MBJ zur Hauptgruppe der urformenden Verfahren. Das Urformen bietet durch die endformnahe Fertigung Vorteile hinsichtlich Nachhaltigkeit gegenüber den trennenden Verfahren, da das Rohmaterial größtenteils im fertigen Bauteil zum Einsatz kommt. Zudem lassen sich mit dem Urformen geometrisch komplexere Bauteile herstellen als mit den Verfahren der Hauptgruppen Trennen und Urformen. Innerhalb der Urformenden Verfahren zählt das Gießen zu den am weitesten verbreiteten Verfahren, gefolgt von der Pulvermetallurgie [2]. Bei der pulvermetallurgischen Fertigung können sich wirtschaftliche Vorteile ergeben, da die Nachbearbeitung auf ein Minimum reduziert wird oder komplett entfallen kann, was insbesondere bei schwer zerspanbaren Werkstoffen erstrebenswert ist. Darüber hinaus können Werkstoffe verarbeitet werden, die außerhalb des thermodynamischen Gleichgewichts liegen und schmelzmetallurgisch nicht herstellbar sind. Die pulvermetallurgischen Herstellungsverfahren umfassen sowohl werkzeuggebundene als auch werkzeuglose Verfahren. Zu den werkzeuggebundenen Verfahren gehören das klassische Pressen und Sintern und der Metallpulverspritzguss, wobei letzteres im Vergleich zum Pressen und Sintern in der Regel zur Herstellung von Bauteilen in geringeren Stückzahlen, aber mit höherer Bauteilkomplexität eingesetzt wird. Die werkzeuglose Herstellung mittels additiven Fertigungsverfahren bietet Kostenvorteile für Bauteilserien mit geringen Stückzahlen sowie eine kürzere Vorlaufzeit. Strahlbasierte Metall-AM-Verfahren, wie das Laser- oder Elektronenstrahlschmelzen, werden vor allem zur Herstellung größerer Bauteile in geringeren Stückzahlen eingesetzt, unterliegen aber den werkstoffspezi-

fischen Einschränkungen der schmelzmetallurgischen Formgebung. Unter den sinterbasierten additiven Fertigungsverfahren ist das MBJ aufgrund seiner hohen Produktivität eines der wirtschaftlichsten Verfahren. Darüber hinaus ermöglicht es eine nachhaltige Fertigung, da neben der weitestgehenden Wiederverwendung des verwendeten Pulvers, insbesondere im Vergleich zu MIM, weniger Prozesshilfsmittel benötigt werden. Das MBJ wird vorwiegend für die Herstellung von Bauteilen mit kleinen bis mittleren Abmessungen und komplexer Geometrie eingesetzt.

Einer der Hauptvorteile des MBJ besteht in dessen getrennten Formgebungs- und Verdichtungsschritten. Diese ermöglichen die Verarbeitung einer größeren Materialvielfalt [9, 10]. Neben häufig verwendeten Metallen wie rostfreie Edelstähle [11–14], Titanlegierungen [15], Nickel- [16, 17] und Kobalt-Basis-Legierungen [18], können insbesondere auch schwer oder nicht schweißbare Materialien wie hoch kohlenstoffhaltige Werkzeugstähle [19], Keramik [20, 21], Hartmetalle [22] und optisch reflektierende Materialien wie Kupfer [23] verarbeitet werden, die mit strahlbasierten Metall-AM-Verfahren nur schwer zu verarbeiten sind. Weiterhin sind Werkstoffe wie Aluminium- [24], Magnesiumlegierungen [25, 26], in der Entwicklung. Darüber hinaus ergeben sich aus den getrennten Prozessschritten wirtschaftlichen Vorteile [27]. Beim MBJ erfolgt der Auftrag des Binders, der die Pulverpartikel bindet, über einen Druckkopf, der die gesamte Breite des Druckbetts abdecken kann. Dadurch wird eine höhere Aufbaurrate erreicht als bei der Konsolidierung des Pulvers über eine oder mehrere punktuelle Quellen, wie bei strahlbasierten Metall-AM-Verfahren. Weiterhin können die Bauteile ohne Stützstrukturen hergestellt werden, da der Pulverkörper im Druckprozess vom Pulverkörper gestützt wird und die homogene Temperaturverteilung während des Sinterns für eine spannungsfreie Verdichtung sorgt. Dies ermöglicht eine dichtete Anordnung der Teile im Druckprozess und reduziert die Nachbearbeitung.

Verdichtungsverhalten von Pulverkörpern

Um die Vorteile des MBJ nutzen zu können, muss nach dem Sintern ein maßhaltiges Bauteil mit guten Eigenschaften vorliegen, wobei die meisten Eigenschaften maßgeblich von der relativen Dichte abhängen. Beim Festphasensintern erfolgt die Verdichtung durch Diffusionsprozesse unterhalb der Schmelztemperatur. Die treibende Kraft für die Verdichtung eines Pulverkörpers ist die Änderung der freien Energie durch Verringerung der Oberfläche und Senkung der freien Oberflächenenergie. Aus diesen Randbedingungen lassen sich Einflussfaktoren auf das Verdichtungsverhalten ableiten:

- **Sinterbedingungen:** Die verschiedenen Diffusionsmechanismen des Materialtransports hängen maßgeblich von der Temperatur und der Zeit ab [28, 29]. Höhere Temperaturen und längere Haltezeiten fördern die Verdichtung [30], führen jedoch auch

zu Kornwachstum und können sowohl die Phaseneinstellung [31], als auch die Formstabilität beeinflussen [32, 33]. Weiterhin bestehen Wechselwirkungen mit der Ofenatmosphäre [34].

- **Packungseigenschaften der Pulverpartikel:** Der Materialtransport erfolgt über die Kontaktpunkte zwischen den Partikeln. Die Anzahl der Kontaktpunkte eines Partikels wird als „Koordinationszahl“ bezeichnet. Mit höherer Packungsdichte steigt die Koordinationszahl, was den Verdichtungsprozess fördert [35]. Neben der Dichte der Pulverpackung ist auch dessen Struktur für das Verdichtungsverhalten wichtig. Homogenere Pulverkörper führen beim Sintern zu besserer Formstabilität [36] und einer höheren Verdichtung [37, 38]. Sowohl die erreichbare Packungsdichte, als auch die Homogenität hängen von dem verwendeten Pulver [39–41], dem Formgebungsprozess und seinen Parametern ab [42–44].
- **Sinteraktivität:** Die Sinteraktivität des Pulvers hängt maßgeblich von dessen Oberfläche ab. Mit feineren Partikeln [45] und unregelmäßiger Partikelform [46, 47] steigt die Sinteraktivität. Darüber hinaus wird sie von der Legierungszusammensetzung beeinflusst und kann durch Zugabe von Sinterhilfsmitteln erhöht werden [48, 49].

Aus den Einflussfaktoren lässt sich ableiten, dass eine homogene, dichte Pulverpackung eines Pulvers mit großer spezifischer Oberfläche für die Verdichtung beim **Sinterprozess** vorteilhaft ist. Die Herstellung eines Grünkörpers mit den skizzierten Eigenschaften mittels MBJ hängt einerseits von allgemeinen **Pulvereigenschaften** ab, welche in hohem Maße von den Wechselwirkungen zwischen den Partikeln bestimmt werden. Andererseits haben die spezifischen Prozessschritte des MBJ, wie der **Pulverauftrag**, der von der Auftragsmethode und den Parametern abhängt, sowie die **Pulver-Binder-Interaktion** einen wesentlichen Einfluss auf die Grünteileigenschaften.

In den folgenden Unterkapiteln werden diese Einflussfaktoren anhand von Erkenntnissen des Binder Jettings unterschiedlicher Materialien, wie Metallen, Keramik und Gips diskutiert, da die Erkenntnisse größtenteils übertragbar sind [10]. Außerdem wird der in dieser Arbeit verarbeitete **Werkstoff 316L** näher betrachtet.

2.2 Pulvereigenschaften

In Kapitel 2.1 sind die wesentlichen Einflussfaktoren für die Verdichtung eines Pulverkörpers beschrieben, aus denen sich Kriterien für den Druckprozess beim MBJ ergeben. Im Folgenden wird ausführlicher auf die Pulvereigenschaften wie Partikelgröße und -morphologie mit ihren Auswirkungen auf die Fließfähigkeit und das Packungsverhalten des Pulvers eingegangen.

Während die Packungseigenschaften das Verdichtungsverhalten während des Sinterns beeinflussen, wird die Verarbeitbarkeit beim Pulverauftrag durch die Fließfähigkeit des Pulvers bestimmt. Dabei bestehen Beziehungen zwischen dem Prozessverhalten des Pulvers und den Pulvereigenschaften an sich, wobei die Pulvereigenschaften wiederum von den Eigenschaften einzelner Partikel abhängen [50]. Daher lassen sich die Pulvereigenschaften in mehrere Ebenen unterteilen, welche in Abbildung 2-2 dargestellt sind. Die erste Ebene enthält die physikalischen und chemischen Eigenschaften der einzelnen Partikel. Die Wechselwirkung mehrerer Partikel untereinander ist in der zweiten Ebene als Pulvereigenschaften beschreiben. Die dritte Ebene stellt das Verhalten des Pulvers im Prozess und damit die Wechselwirkungen der Pulvereigenschaften mit den prozessspezifischen Einflussfaktoren dar. Die vierte Ebene umfasst die verschiedenen Bauteileigenschaften, die maßgeblich durch die Pulvereigenschaften und das Prozessverhalten bestimmt werden.

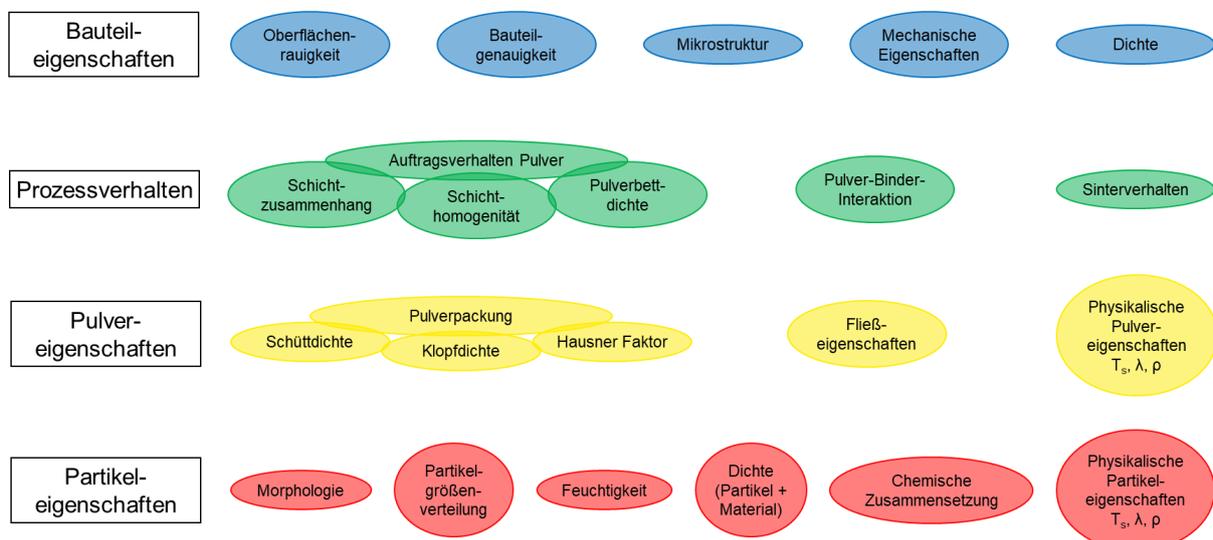


Abbildung 2-2: Darstellung der Beziehungen zwischen den Partikeleigenschaften, dem Verhalten des Pulverzusammenschlusses, dem Pulververhalten im Prozess und den Bauteileigenschaften. Das Schema basiert auf Beschreibungen von Vock et al. [51] für Elektronenstrahlschmelzen und ist auf das MBJ angepasst.

Die Beziehung zu den endgültigen Bauteileigenschaften sollte umso deutlicher werden, je näher die Charakterisierungsmethode an die tatsächlichen Prozessbedingungen herankommt. Das Prüfen von Pulvereigenschaften unter Prozessbedingungen ist jedoch nur bedingt möglich oder mit hohem Aufwand verbunden. Bei Analysen auf Partikel- oder Pulverebene ist der Aufwand deutlich geringer, da hier standardisierte Analysemethoden eingesetzt werden können, die zudem kostengünstig sind. Um diese Methoden zur Vorhersage des Prozessverhaltens nutzen zu können, müssen Beziehungen zwischen den verschiedenen Ebenen der Pulvereigenschaften gefunden und mit dem Prozessverhalten korreliert werden.[51]

In den folgenden Unterkapiteln werden die Auswirkungen der Partikeleigenschaften sowohl auf die jeweiligen Pulvereigenschaften als auch auf das Verhalten im MBJ-Prozess beschrieben. Weiterhin erfolgt eine kurze Beschreibung der entsprechenden Analysemethoden.

2.2.1 Partikelmorphologie

Die Partikelform bzw. die Partikelmorphologie ergibt sich im Wesentlichen aus dem Herstellungsverfahren. Dieses wird abhängig vom Rohmaterial, dem angestrebten Verarbeitungsverfahren und den Eigenschaften des Sinterwerkstoffes gewählt [52].

Bei der **chemischen Herstellung** von Metallpulvern werden Metalloxide reduziert. Erfolgt dies durch reduzierende Gase entstehen durch die Volumenänderung schwammförmige Pulver. Bei der Herstellung von Reineisenpulver durch das Karbonylverfahren, bei dem feine Pulver aus der Gasphase ausgeschieden werden, entstehen sphärische Partikel.

Mittels **elektrolytischer Herstellung** werden vorwiegend reine Metalle aus Metallsalzen abgeschieden. Die erzeugten Pulver besitzen eine hohe Reinheit, aber auch eine dendritische und poröse Morphologie, welche eine anschließende Weiterverarbeitung wie Mahlen benötigt.

Bei der **mechanischen Herstellung** erfolgt ein Zerkleinern der Ursprungslegierung, bzw. -legierungen durch beispielsweise Grobzerkleinern oder Mahlen. Die chemische Zusammensetzung der Pulver wird nicht verändert. Neben dem Zerkleinern und dem Einformen spratzi-ger Partikel können auch unterschiedliche Pulver miteinander mechanisch legiert werden. Die mechanische Herstellung ist hauptsächlich für harte und spröde Werkstoffe geeignet und erzeugt eher unregelmäßige Partikel.

Die **Verdüsung** ist eine weitere Form der mechanischen Herstellung. Bei dieser werden überwiegend Legierungen aufgeschmolzen und durch ein Medium zerstäubt. Abhängig von den Eigenschaften der Schmelze und den Parametern der Zerstäubung werden Partikel unterschiedlicher Größe und Morphologie erzeugt. Mittels Wasserverdüsung werden bei höherem Durchsatz eher irreguläre Partikel erzeugt, während die Partikel der Gasverdüsung vergleichsweise sphärisch sind. Aber auch bei der Gasverdüsung können weniger runde Partikel erzeugt werden. Beispielsweise kann es zu Satellitenbildung an den Partikeln kommen, wenn feine Partikel auf die Oberfläche noch nicht erstarrter, größerer Partikel treffen.[52]

Messverfahren

Als Messgrößen werden meist das Verhältnis von Länge zu Breite oder die Rundheit der Partikel angegeben. Im Folgenden wird ein Überblick über die relevanten Messverfahren für die Partikelmorphologie nach VDI-Norm 3405 Blatt 2.3 gegeben.

Bei der **dynamischen Bildanalyse** werden die Partikel optisch über Schattenprojektion analysiert. Mit dem Verfahren lassen sich Partikelgröße und -form bestimmen. Die ausgegebenen Messgrößen sind der Durchmesser, die maximale Länge, die kleinste Breite oder die Zirkularität der Partikel. Die Messwerte der Einzelpartikel werden in Größenklassen zusammengefasst und analysiert.

Aufnahmen des Pulvers mit dem **Licht- oder Rasterelektronenmikroskop** geben einen qualitativen Überblick über die Morphologie der vorliegenden Partikel. Weiterhin besteht die Möglichkeit quantitative Aussagen durch Bildanalysesysteme zu generieren.

Einfluss der Partikeleigenschaften auf das Fließverhalten und die Packungseigenschaften

Die Partikelmorphologie beeinflusst die interpartikulären Wechselwirkungen. Während runde, sphärische Partikel einfacher aneinander abgleiten können, steigen bei unregelmäßig geformten Partikeln die Reibung und die mechanische Verzahnung zwischen den Partikeln. Dies führt zu einem höheren Widerstand gegen die von außen aufgebrachtene Kräfte und beeinträchtigt das Fließverhalten und die Packungseigenschaften [55].

2.2.2 Partikelgrößenverteilung

Bei der Herstellung von Metallpulvern entstehen prozessbedingt Partikel unterschiedlicher Größen. Bei der **chemischen** und **elektrolytischen Herstellung** von Metallpulvern hängen die Größe und Struktur der Metallschwämme, beziehungsweise -dendriten von der Steuerung der jeweiligen Prozesse ab. Die Partikelgröße der hergestellten Pulver hingegen von der benötigten anschließenden mechanischen Zerkleinerung. Lediglich beim Carbonylverfahren ist die Partikelgröße direkt von der Konzentration des Metalloxids und der Temperatur im Zersetzungsraum abhängig.

Bei der **mechanischen Zerkleinerung** und der **Verdüsung** hängt die Partikelgröße im Wesentlichen von der eingebrachten Energie ab. Je größer die Energie ist, desto kleiner sind die entstehenden Partikel. Beim Mahlen wird die Partikelgröße durch die Dauer und die Umdrehungsgeschwindigkeit bestimmt. Bei der Verdüsung wird die Partikelgröße über das Verdüsungsmedium und den Verdüsungsdruck, die Viskosität, die Oberflächenspannung und den Durchsatz der Schmelze, sowie über die Abkühlungsbedingungen eingestellt.

Die Streuung der Partikelgröße entspricht physikalisch bedingt meist Gauß- oder Normalverteilungen. Die Partikelgrößenverteilung beschreibt die Häufigkeitsverteilung der Partikel eines bestimmten Größenintervalls bezogen auf den Äquivalentdurchmesser. Nach dem Verdünnungsprozess werden die Pulver in der Regel klassifiziert und in bestimmte Fraktionen gesiebt. Hierdurch werden die Verteilungskurven beeinflusst, sodass auch rechts- oder linkschiefe Verteilungskurven entstehen können.

Messverfahren

Als Messgrößen der Partikelgrößenverteilungen werden üblicherweise die volumenbezogenen Perzentile D_{10} , D_{50} und D_{90} herangezogen. Die mittlere Partikelgröße D_{50} beschreibt dabei die Feinheit des Pulvers. Die Verteilungsbreite oder Spanne der Verteilungsbreite wird als dimensionslose Kennzahl des Verhältnisses von $(D_{90}-D_{10})/D_{50}$ angegeben. Im Folgenden wird ein Überblick über die relevanten Messverfahren für die Partikelgrößenverteilung nach VDI-Norm 3405 Blatt 2.3 gegeben.

Mit der **dynamischen Bildanalyse** wird die Partikelgrößenverteilung analog zur Partikelmorphologie ermittelt.

Bei der **Laserbeugung** wird die Partikelgröße über die Lichtstreuung eines Laserstrahls gemessen. Dafür werden die Partikel in einem flüssigen Medium dispergiert und der Winkel und die Intensität des gestreuten Lichts detektiert. Dieses Verfahren eignet sich insbesondere für feine Partikel von 0,1 μm bis 3 μm . Bei unregelmäßig geformten Partikeln gibt die Laserbeugung Messwerte aus, die der Volumenmenge sphärischen Partikel entsprechen.

Bei der **Trockensiebung** wird Pulver durch mehrere Drahtsiebbeden unterschiedlicher Maschenweite in Fraktionen geteilt. Das Verfahren ist gemäß Norm nicht für Partikelgrößen geeignet, die insgesamt oder größtenteils unter 45 μm liegen.

Anhand von Aufnahmen des Pulvers mit dem **Licht- oder Rasterelektronenmikroskop** kann ebenfalls ein Überblick über die Partikelgröße erzielt werden. Die Anzahl der erfassten und analysierbaren Partikel ist begrenzt und möglicherweise nicht repräsentativ für die gesamte Pulverprobe.

Einfluss der Partikeleigenschaften auf das Fließverhalten und die Packungseigenschaften

Die Partikelgrößenverteilung eines Pulvers wirkt sich auf die interpartikulären Wechselwirkungen aus. Mit abnehmender Partikelgröße und zunehmender Breite der Größenverteilung steigt die spezifische Oberfläche der Partikel und somit auch die Kohäsionskräfte des Pulvers. Mit größerer spezifischer Oberfläche nehmen bei Pulvern einerseits die Van-der-

Waals-Kräfte und elektrostatische Kräfte, andererseits die Adhäsionskräfte aufgrund von Flüssigkeitsbrückenbildung zwischen den Partikeln im Verhältnis zur Gravitationskraft zu und können zur Agglomeration führen. Hierdurch nimmt die Reibung beim Abgleiten der Partikel aneinander zu und beeinträchtigt so die Fließ- und Packungseigenschaften [55].

2.2.3 Fließeigenschaften und Fließfähigkeit

Die Fließfähigkeit beschreibt das Bewegungsverhalten eines Pulvers, wenn es angeregt oder einer Kraft ausgesetzt wird und ist somit keine inhärente Pulvereigenschaft. Die Fließfähigkeit wird durch die Schwerkraft und von außen einwirkende Kräfte gefördert. Dem stehen Adhäsionskräfte zwischen den Partikeln gegenüber, die dem Fließen entgegenwirken. Zu diesen interpartikulären Kräften gehören Reibung, mechanische Verzahnung, interpartikuläre Kräfte wie, Van-der-Waals-Kräfte und elektrostatische Kräfte, sowie Flüssigkeitsbrückenbildung [53]. Diese Kräfte sind sowohl von den Eigenschaften der einzelnen Partikel als auch ihren Wechselwirkungen innerhalb des Partikelverbundes abhängig und bedingen die Fließeigenschaften eines Pulvers. Abbildung 2-3 stellt schematisch den Zusammenhang zwischen den Begriffen „Fließfähigkeit“ und „Fließeigenschaften“ mit ihren jeweiligen Parametern her. Während die Fließeigenschaften eines Pulvers über standardisierte Analysemethoden bestimmt werden können, steht die Fließfähigkeit in Verbindung zu dem Verfahren und den Gerätschaften mit denen sie ermittelt wird [54]. Die Prüfbedingungen sollten den Prozessbedingungen daher möglichst nahe kommen [55].

In den folgenden Unterkapiteln wird daher einerseits auf die Partikeleigenschaften eingegangen, welche die Fließeigenschaften eines Pulvers beeinflussen, als auch auf Charakterisierungsmethoden zur Bestimmung der Fließfähigkeit.

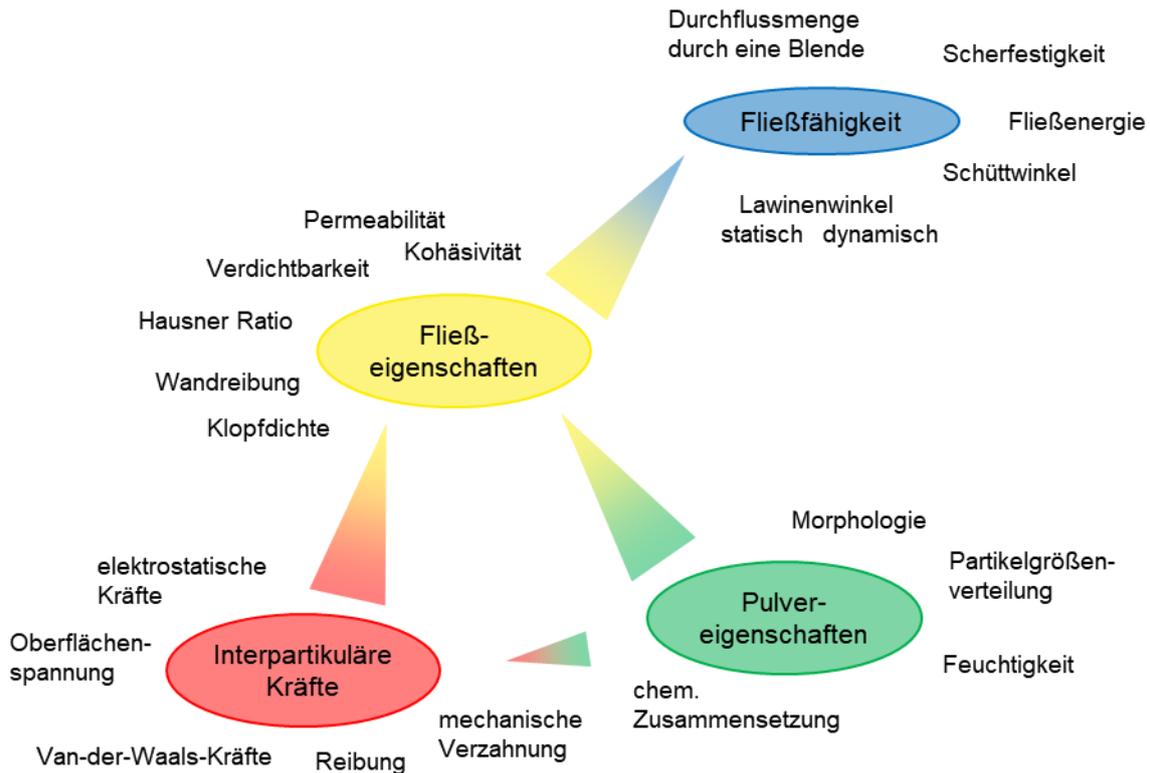


Abbildung 2-3: Zusammenhang zwischen den Begriffen „Fließfähigkeit“ und „Fließeigenschaften“ mit den jeweiligen Parametern, nach [51]

Messverfahren

Im Folgenden wird ein Überblick über die relevanten Messverfahren für die Fließfähigkeit nach VDI-Norm 3405 Blatt 2.3 gegeben. Detaillierte Beschreibungen zu den Verfahren und allgemeine Gegenüberstellungen sind in [56] zu finden. Eine Vergleich der Messverfahren für die groben Metallpulver des Elektronenstrahlschmelzen ist in [51] gegeben.

Der **Hausner-Faktor (Hausner-Faktor, HF)** ist das Verhältnis zwischen der Klopf- und der Schüttdichte, die in Kapitel 2.2.4 beschrieben sind. Ein hoher Wert des Hausner-Faktors weist auf eine große Abweichung zwischen der anfänglichen losen Schüttdichte und der kompaktierten Klopfdichte hin. Dies ist in der Regel auf hohe interpartikuläre Kräfte zurückzuführen, die durch das Klopfen überwunden werden können. Die Verdichtung des Schüttgutes kann als Maß für die Fließfähigkeit angesehen werden [56]. Pulver mit einem HF von $\leq 1,25$ gelten als frei fließend, während Pulver mit einem HF $> 1,40$ als kohäsiv und nicht fließend beschrieben werden [57]. Die vergleichsweise statischen Vorgänge bei der Ermittlung der Klopf- und Schüttdichte entsprechen weniger der dynamischen Beanspruchung des Pulvers beim Schichtauftrag beim MBJ.

Beim **Hall- und Carny Trichter** wird die Zeit gestoppt, die eine definierte Menge Pulver benötigt, um durch einen Trichter zu fließen. Je kürzer die Dauer ist, desto besser ist die Fließ-

fähigkeit des Pulvers. Laut Schulze [56] führt dieses Verfahren zu einer quantitativen Aussage über die Fließfähigkeit des Pulver, welche jedoch von der Befüllung des Trichters beeinflusst wird. Der vorliegende Spannungszustand im Trichter, bei dem die statische Pulvermenge ausschließlich durch die Gravitationskraft ins Fließen gebracht wird, weicht erheblich vom Pulverauftrag beim MBJ ab. Zusätzlich dazu ist diese Methode nicht für so feine Partikel geeignet, wie sie beim MBJ vorliegen [58]. Die kohäsiven Pulver führen zu einer Brückenbildung im Trichter, sodass keine Fließzeit gemessen werden kann.

Bei der Bestimmung des **Schüttwinkels** fließt Pulver durch einen Trichter und trifft auf eine scheibenförmige Grundplatte. Der Neigungswinkel des entstehenden Pulverkegels zur Grundplatte beschreibt die Fließfähigkeit. Je niedriger der Winkel, desto besser ist die Fließfähigkeit des Pulvers. Bei dem Verfahren treffen die Partikel auf die Oberfläche der Platte bzw. des Pulverkegels, wodurch eine minimale Verdichtung des Pulvers auftritt. Weiterhin können auch dynamische Effekte auftreten, da herabfallendes Pulver an der Oberfläche abgleiten können [56]. Wie in Kapitel 2.3 dargestellt, wirken beim Pulverauftrag des MBJ ebenfalls Normalkräfte auf das Pulver, wie sie beim Auftreffen des Pulvers auf der Oberfläche der Platte vorliegen. Der Spannungszustand weicht hinsichtlich des zeitlichen Verlaufs des Pulverauftrags in der Verdichtungszone jedoch erheblich ab. Eine Abschätzung über die Nutzbarkeit für das MBJ ist daher nur bedingt möglich.

Mit einer **rotierenden Trommel** wird das dynamische Fließverhalten von Pulvern bestimmt. Dazu wird ein die Pulverprobe in einem transparenten Zylinder rotiert. Das Pulver wird auf der einen Seite nach oben gehoben und fließt von da aus nach unten, sodass sich eine schräge Fläche bildet. Mittels Kamera und Bildanalyse wird Dynamik der ausgelösten Pulverlawinen ausgewertet. Ausgewertet werden unter anderem Kenngrößen wie der Lawinenwinkel, die Energie der Lawine oder die Zeit zwischen den Lawinen [59]. Der Spannungszustand des Messverfahrens entspricht ebenfalls nur eingeschränkt der Beanspruchung des Pulvers beim Schichtauftrag des MBJ. Untersuchungen von Castellanos *et al.* [60] zeigen, dass das Verfahren bei kohäsiven Pulverproben unterschiedlicher Fließfähigkeit keine Unterschiede in den Messergebnissen zeigt.

Bei der **Ringscherzelle** wird Pulver zwischen zwei Ringen sowohl Normal-, als auch Scherkräften ausgesetzt. Nach dem Vorverdichten des Pulvers wird es bei unterschiedlichen Druckkräften unterhalb der Vorverdichtungskraft geschert. Dazu wird der untere Ring rotiert, wodurch die Pulverpartikel in der Nähe in Bewegung versetzt werden. Da die Partikel am fixierten oberen Ring dessen Geschwindigkeit besitzen, bewegen sich die Partikel zwischen den Ringen unter eine Scherspannung aneinander vorbei. Die wirkenden Scherkräfte werden bei unterschiedlichen Normalkräften am oberen Ring gemessen. Für unterschiedliche

Druckspannungen wird berechnet, bei welchen Scherspannungen das Pulver zu fließen beginnt. Diese Messungen werden für unterschiedliche Vorverdichtungskräfte durchgeführt. Gute Fließeigenschaften führen dabei zu niedrigeren Scherkräften [56]. Wie in Kapitel 2.3 dargestellt, wirken beim Pulverauftrag des MBJ ebenfalls Normalkräfte auf das Pulver, jedoch wird das Pulver im Prozess nicht vorverdichtet. Die Fließfähigkeit wird in Abhängigkeit der Vorverdichtungskraft bewertet und muss daher möglichst der des Prozesses entsprechen. Da sich die Kräfte beim Pulverauftrag mittels Roller abhängig vom Ort in der Verdichtungszone ändern, ist eine zielgenaue Ermittlung der Eingangsgrößen nur bedingt möglich. Weiterhin korrelieren die Ergebnisse der Ringscherzelle im Bereich geringer Normalkraft mit denen der Schüttdichte und der rotierenden Trommel [61].

Beim **Rotationsrheometer** wird die Fließfähigkeit ermittelt, indem ein rotierendes Flügelrad mit konstantem Druck in eine Pulverprobe eingebracht wird. Aus den, am Flügelrad gemessenen, Rotations- und Druckwiderständen wird die Fließfähigkeit des Pulvers ermittelt. Das Pulver wird vor dem Versuch mit gleichbleibenden Parametern in einen reproduzierbaren Ausgangszustand gebracht. Das Rotationsrheometer ist bisher kein standardisiertes Verfahren und es gibt nur einen Anbieter des Messgerätes. Die Ergebnisse des Rotationsrheometers korrelieren laut dessen Erfinder mit Ergebnissen der Scherzelle [62]. Bei unabhängigen Vergleichsmessungen zeigte das Rotationsrheometer erhebliche Streuungen [63]. Beim Vergleich des Rotationsrheometers mit der rotierenden Trommel konnte das Rotationsrheometer hinsichtlich einiger Kennwerte nicht zwischen ungebrauchtem und mehrfach verwendetem Pulver unterscheiden [64].

Einflussfaktoren auf die Fließeigenschaften und Fließfähigkeit

Bei den Fließeigenschaften der Pulver wirkt sich die **Partikelmorphologie** der Partikel hauptsächlich auf die Reibung und die mechanische Verzahnung zwischen den Partikeln aus. Pulver mit einer höheren Sphärizität besitzen bessere Fließeigenschaften [65, 66]. Engeli *et al.* [67] beobachtete ein deutlich schlechteres Fließverhalten bei wasserverdüstertem Pulver (HR: 1,53) gegenüber gasverdüstertem Pulver (HR: 1,21 - 1,31) vergleichbarer Partikelgröße.

Die **Partikelgrößenverteilung** eines Pulvers wirkt sich ebenfalls auf die Fließeigenschaften aus. Mit abnehmender Partikelgröße steigt die spezifische Oberfläche der Partikel und somit auch die Kohäsionskräfte des Pulvers. Im Gegensatz zu der unverändert wirkenden Gravitationskraft, nehmen die Van-der-Waals-Kräfte zwischen den Partikeln bei feineren Pulvern zu und führen zur Agglomeration. Hierdurch nimmt die Reibung beim Abgleiten der Partikel aneinander zu und beeinträchtigt so die Fließeigenschaften. Wie in Abbildung 2-4a dargestellt ist, steigt der Hausner-Faktor mit abnehmender Partikelgröße an. Beim Vergleich des Fließ-

verhaltens hinsichtlich der Verteilungsbreite ist in Abbildung 2-4b an den Untersuchungen von Engeli *et al.* [67] erkennbar, dass eine breitere Größenverteilung bei ähnlich großen Partikeln eine Verschlechterung des Fließverhaltens nach sich zieht. Die verminderte Fließfähigkeit kann darauf zurückzuführen sein, dass bei breiteren Verteilungen auch ein höherer Anteil an feinen Partikeln mit Agglomerationsneigung vorhanden ist. Barthel *et al.* [68] stellten hingegen eine Zunahme der Fließfähigkeit bei einer breiteren Größenverteilung fest. Dies auf die Überlagerung von Effekten zurückzuführen, da das feinste untersuchte Pulver zugleich die schmalste Verteilungsbreite besitzt. Somit zeigt sich, dass der Einfluss der Partikelgröße dem der Verteilungsbreite beim statischen Fließverhalten überwiegt. Diese Zusammenhänge konnten auch für das dynamische Fließverhalten gezeigt werden, das mittels rotierender Trommel [53, 59] und Rotationsrheometer [53] ermittelt wird.

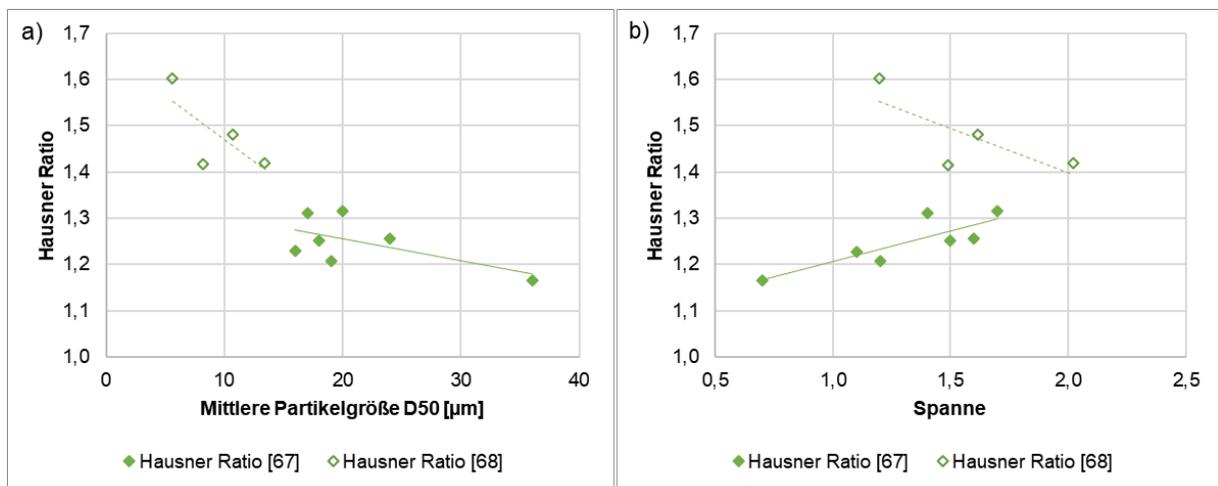


Abbildung 2-4: Hausner Ratio unterschiedlicher Pulver in Abhängigkeit a) der mittleren Partikelgröße und b) der Spanne der Verteilungsbreite [67, 68]

Bei Untersuchungen des Pulverauftrags durch in-situ-Hochgeschwindigkeits-Hochenergie-Röntgenaufnahmen wird der dynamische Schüttwinkel an einem Rakel ermittelt. Hier zeigte das Pulver mit einer kleineren Partikelgröße neben einen höheren dynamischen Schüttwinkel auch größere Schwankungen und eine höhere Standardabweichung beim Schüttwinkel, was eine geringere und unregelmäßigere Fließfähigkeit bedeutet [69].

Beim MBJ wird das Metallpulver offen gehandhabt, sodass es sowohl beim Umfüllen als auch beim Druckprozess mit der Luft in Berührung kommt. Die in der Luft enthaltene **Feuchtigkeit** kann mit den Partikeln interagieren und ihr Fließverhalten beeinträchtigen. Während die Adhäsionskräfte zwischen einzelnen Partikeln bei trockenen Schüttgütern durch Van-der-Waals-Kräfte dominiert werden, entstehen bei ausreichender Feuchtigkeit Flüssigkeitsbrücken. Die Pulverkohäsion entsteht durch die Kapillarkräfte, welche auf den Kapillardruck der Flüssigkeitsbrücken in der Kontaktzone der Partikel zurückzuführen sind. Mehr Feuchtigkeit führt zu einer höheren Kohäsion des Pulvers und zu einer deutlichen Abnahme der Fließei-

genschaften. Erst bei einer deutlichen, weiteren Erhöhung des Feuchtigkeitsgehalts wirkt die Flüssigkeit teilweise als Schmiermittel, wodurch die Kohäsionskräfte wieder abnehmen [70]. Diese hohen Feuchtigkeitsgehalte werden beim MBJ jedoch nicht erreicht.

Bei Untersuchungen wird gezeigt, dass Pulver bei einer relativen Luftfeuchtigkeit von 80% beim Rotationsrheometer zwischen 40 und 80% mehr Energie im Vergleich zu getrockneten Pulvern benötigten [71]. Beim Vergleich der Fließfähigkeit von grobem Titanpulver in einem wasserfreien Labor und in einem mit 50% Luftfeuchtigkeit zeigte sich beim Carney-Trichter eine mehr als 2-mal langsamere Durchflussrate bei höherer Luftfeuchtigkeit. Bei Untersuchungen in der rotierenden Trommel konnten keine Unterschiede in der Fließfähigkeit festgestellt werden, was die Autoren teilweise auf die abgeschlossene Trommel und den somit nicht vorhandenen Kontakt zur Laboratmosphäre zurückführten [72]. Weiterhin wird in beiden Untersuchungen beobachtet, dass feinere Pulver durch ihre höhere spezifische Oberfläche mehr absolute Feuchtigkeit aufnehmen [71, 72]. Eine bessere Fließfähigkeit durch reduzierte Feuchtigkeit konnte auch im Druckprozess beim Elektronenstrahlschmelzen beobachtet werden [73]. Mehrere Untersuchungen zeigen jedoch auch, dass Pulver die aufgenommene Luftfeuchtigkeit ebenso schnell wieder abgeben und sich recht schnell ein Gleichgewicht mit der Umgebung einstellt [72, 74]

2.2.4 Packungseigenschaften

Die Packungseigenschaften eines Pulvers hängen ebenso wie die Fließeigenschaften von den Kohäsionskräften des Pulvers ab. Je geringer die interpartikulären Kräfte eines Pulvers sind, desto leichter können die Partikel aneinander vorbeifließen und sich möglichst dicht packen. Daher können die Packungseigenschaften eines Pulvers auch als Indikator für seine Fließeigenschaften angesehen werden [75].

In den folgenden Unterkapiteln werden der Einfluss der Pulvereigenschaften auf Partikel-ebene auf die Packungseigenschaften des Pulvers in den unterschiedlichen Packungszuständen dargelegt und zugehörige Messverfahren beschreiben.

Messverfahren

Die Packungsdichte ist definiert als Masse eines Pulvers geteilt durch das belegte Volumen, beziehungsweise als prozentualer Volumenanteil, den ein Pulver ausfüllt. In Abhängigkeit des Packungszustandes können unterschiedliche Dichten erreicht werden. Ein lockerer und ungeordneter Packungszustand wird bei der standardisierten **Schüttdichte** (DIN EN ISO 3923) erreicht. Bei der Bestimmung der Schüttdichte fließt Pulver durch den Hall-Trichter oder das Scott-Volumeter in einen Zylinder. Anschließend wird die Masse ermittelt und die Dichte bestimmt. Ein dichter Packungszustand wird bei der – ebenfalls standardisierten –

Klopfdichte (DIN EN ISO 3953) erreicht. Hier wird eine definierte Masse Pulver in einen Messzylinder gefüllt und das Volumen nach 3000 Schlägen zur Bestimmung der Dichte genutzt. Die Kohäsionskräfte werden durch das Klopfen überwunden und die Partikel ordnen sich neu an.

Im MBJ-Prozess können die Dichte des aufgetragenen Pulverbettes (**Pulverbettdichte**) und die **Grünteildichte** bestimmt werden. Die Pulverbettdichte resultiert aus den inhärenten Pulvereigenschaften und der gewählten Auftragsmethode mit ihren eingestellten Parametern. Die Grünteildichte ergibt sich aus den Wechselwirkungen des eingebrachten Binders mit dem Pulverbett. Sie gibt die Dichte der gedruckten Teile an und enthält sowohl Pulver als auch Binder.

Einflussfaktoren auf die Packungseigenschaften

Die **Partikelmorphologie** beeinflusst das Abgleiten der Partikel aneinander. Die höheren interpartikulären Kräfte unregelmäßig geformter Partikel beeinträchtigen das Abgleiten durch Reibung und mechanische Verzahnung und führen zu niedrigeren Schütt- und Klopfdichten [39, 76, 77]. Auch die Dichte des aufgezogenen Pulverbettes fällt bei Pulver mit einer niedriger Sphärizität und einem hohem Hausner-Faktor niedriger aus [65]. Während die Pulverbettdichte bei sphärischen Pulvern meist zwischen der Schütt- und der Klopfdichte liegt, kann sie bei unregelmäßig geformten Pulvern durch das schlechte Fließverhalten beim Pulverauftrag sogar unter der Schüttdichte liegen [78].

Bei der **Partikelgrößenverteilung** zeigt sich, dass sich gröbere Pulver durch die besseren Fließigenschaften und geringeren Kohäsionskräfte in der Regel dichter packen lassen als feinere Partikel [39]. Wie in Abbildung 2-5a zu sehen ist, sind die Van-der-Waals-Kräfte zwischen den Partikeln bei feineren Pulvern durch die höhere spezifische Oberfläche deutlich höher und führen zu niedrigeren Schütt- und Klopfdichten [68]. Bei gröberen Pulvern fallen die Kohäsionskräfte geringer aus, wodurch der Einfluss der Partikelgrößenverteilung zum Tragen kommt (Abbildung 2-5b). Während bei der locker gepackten Schüttdichte die feinen Partikel der breiteren Verteilungen zu etwas geringeren Dichten führen, können sich eben diese feinen Partikel bei der Klopfdichte effizient zwischen den großen Partikeln anordnen [79]. Beim MBJ führen gröbere Partikel ebenso zu einer höheren Pulverbett- und Grünteildichte [80, 81]. Breitere Verteilungen weisen eine höhere Pulverbettdichte auf [82].

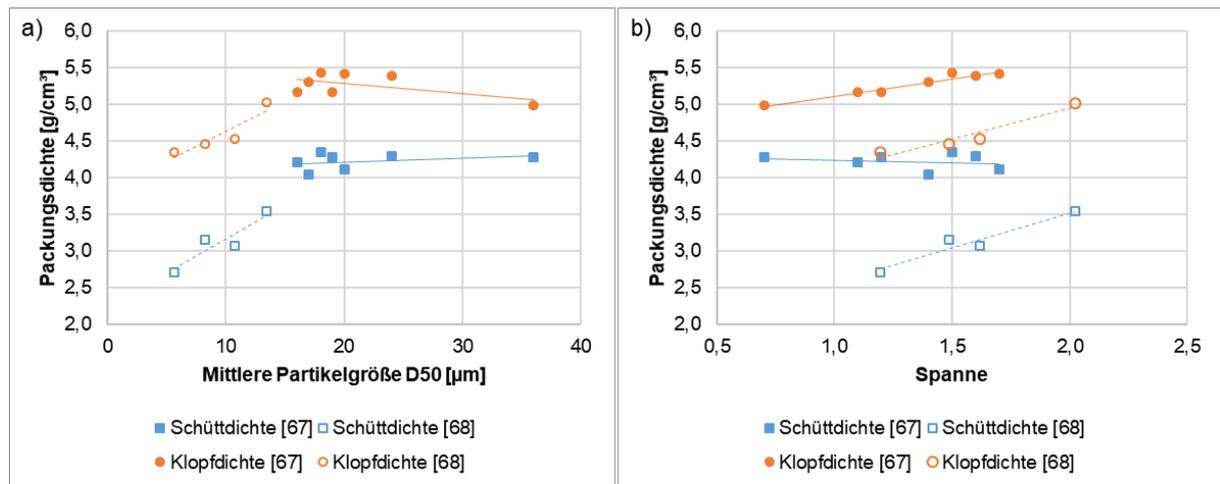


Abbildung 2-5: Packungsdichten unterschiedlicher Pulver in Abhängigkeit a) der mittleren Partikelgröße und b) der Spanne der Verteilungsbreite [67, 68]

Neben der Partikelgröße und der Verteilungsbreite beeinflusst auch die Verteilungsschiefe die Packungsdichte. Während Simulationen zum Pulverauftrag zeigen, dass die Packungsdichte von einer rechtsschiefen, gaußförmigen Partikelgrößenverteilung zu einer positiv schiefen Partikelgrößenverteilung zunimmt [83], zeigen Untersuchungen, dass höhere Pulverbettichten bei linksschiefen Verteilungen [78, 82] erreicht werden.

Die geringere Fließfähigkeit der Pulver bei höherer **Luffeuchtigkeit** wirkt sich auch auf dessen Packungseigenschaften aus. Durch die Adhäsionskräfte der Flüssigkeitsbrücken zwischen den Partikeln sinkt die Packungsdichte bei höherer Feuchtigkeit [72, 84].

2.3 Pulverauftrag

Wie in Kapitel 2.1 beschrieben, werden die Bauteilgeometrien bei pulverbettbasierten AM-Verfahren virtuell in Schichten geschnitten. Für den anschließenden Aufbau der Geometrien werden die pulverförmigen Ausgangswerkstoffe schichtweise aufgetragen. Angestrebt wird eine homogene Schicht mit hoher Dichte und glatter Oberfläche. Für einen gleichmäßigen Schichtauftrag müssen die Fließeigenschaften des Pulvers verbessert werden [85]. Nachdem das Pulver aufgetragen ist, sollen die Fließeigenschaften wieder minimiert werden, um Bewegungen und Defekte des Pulverbettes zu vermeiden. Die Fließfähigkeit des Pulvers hängt sowohl von den in Kapitel 2.2 beschriebenen inhärenten Material/Pulvereigenschaften, als auch vom aufgebracht Spannungszustand bei der Verarbeitung ab. Dementsprechend erfolgt die Auswahl der Auftragsmethode abhängig von den Fließeigenschaften des Pulvers.

2.3.1 Auftragsmethoden

Zu den am weitesten verbreiteten Auftragsmethoden zählen Rakel [86–92] und gegenläufige Roller [90–93]. Weiterhin werden mitläufige [91, 94] und feststehende Roller [92, 93] untersucht, sowie Kombinationen von zwei aufeinander folgenden Methoden [91, 94–96].

Rakel

Beim Schichtauftrag mittels Rakel wird das Pulver mit einer dünnen Klinge über das Pulverbett geschoben. Die einzelnen Partikel ordnen sich selbst auf die energetisch effizienteste Weise an. Die Verdichtung des Pulvers kann durch die Geometrie des Rakel beeinflusst werden [87, 89]. Diese Methode wird vorwiegend bei den strahlbasierten AM-Verfahren angewendet. Die Pulver werden bei diesen Verfahren aufgeschmolzen und so konsolidiert, weshalb vorwiegend grobe Pulver mit Partikelgrößen von 15 – 60 µm bei laserstrahlbasierten Polymer- und Metall-AM-Verfahren und 45 – 106 µm bei elektronenstrahlbasierten Metall-AM-Verfahren genutzt werden, die eine gute Fließfähigkeit besitzen und sich dicht packen [51, 97].

Bei Pulvern mit geringer Fließfähigkeit kann der Auftrag mittels Rakel zu niedrigen Packungsdichten führen [86]. Weiterhin können Rillen und Unebenheiten auf der Schichtoberfläche entstehen oder der Auftrag einer zusammenhängenden Schicht verhindert werden [92]. Dies führt zu einer unzureichenden Schichtqualität für das Binder Jetting [98]. Der Effekt ist auf die höhere Kohäsion des Pulvers zurückzuführen, welche einen kontinuierlichen und stabilen Pulverfluss während des Auftrags beeinträchtigt [99].

Roller

Die am umfassendsten untersuchte Auftragsmethode bei Binder Jetting Druckern ist der gegenläufige Roller. Der Roller rotiert gegenläufig zur Auftragsrichtung, wodurch die Partikel in der Nähe des Rollers auf bzw. vor die Pulverwelle gehoben werden (Abbildung 2-6a). Dies führt mit der lateralen Bewegung des Rollers zu einer Wirbelströmung vor dem Roller (Abbildung 2-6b) [100]. Die so generierten höheren Partikelgeschwindigkeiten im Vergleich zum Rakel tragen dazu bei, dass die kinetische Energie der Partikel die Kohäsionskräfte des Pulvers überwindet und die Fließfähigkeit des Pulvers vor dem Roller stimuliert [101]. Mit abnehmender Distanz des Spalts zwischen Roller und Pulverbett führt der gegenläufige Roller zu einer effizienten und dichten Anordnung der Partikel und hat so eine verdichtende Wirkung. Partikel nahe der darunterliegenden Schicht durchqueren den Spalt und bilden so die Pulverschicht [100, 101].

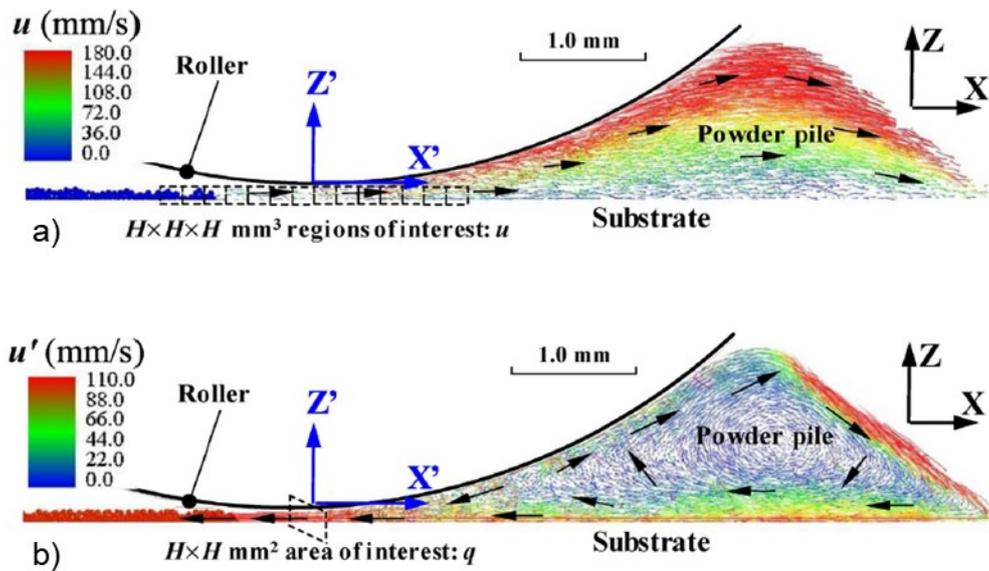


Abbildung 2-6: Dynamik der Pulverpartikel beim Schichtauftrag mit gegenläufigem Roller im globalen Koordinatensystem XYZ (a) und im bewegten Koordinatensystem $X'Y'Z'$ des Rollers (b) [100]

Während des weggesteuerten Auftragsprozesses wirken Kräfte auf den Roller und das Pulverbett, bzw. die darunterliegende Schicht, in die teilweise Binder eingedrückt wird. Abbildung 2-7 zeigt, dass die Normalkraft bei gegenläufigen Rollern größer ist als die Tangentialkraft. Die Schwankungen der Kräfte sind auf die dynamische Veränderung der Kontaktkraftketten zwischen den Partikeln zurückzuführen [101]. Höhere Kräfte, insbesondere in Normalrichtung, führen zu einer höheren Pulverbettdichte [102]. Zu hohe Kräfte, insbesondere in Tangentialrichtung, können eine Verschiebung der darunterliegenden Schichten nach sich ziehen [103]. Die Höhe der Kräfte ist neben den Pulvereigenschaften abhängig von den Parametern des Pulverauftrags [104, 105]. Neben vielen Untersuchungen sind auch Simulationen zum Einfluss der verschiedenen Parameter veröffentlicht worden. Als einflussreiche Parameter werden Schichtstärke, Rollerdurchmesser, Rollerzahl, Auftragsgeschwindigkeit und die aufgetragene Pulvermenge im Verhältnis zur benötigten Pulvermenge für die Schicht (Supply-to-Spread Ratio) in der Literatur beschrieben. Auf den spezifischen Einfluss der einzelnen Parameter wird detailliert in den folgenden Unterkapiteln eingegangen.

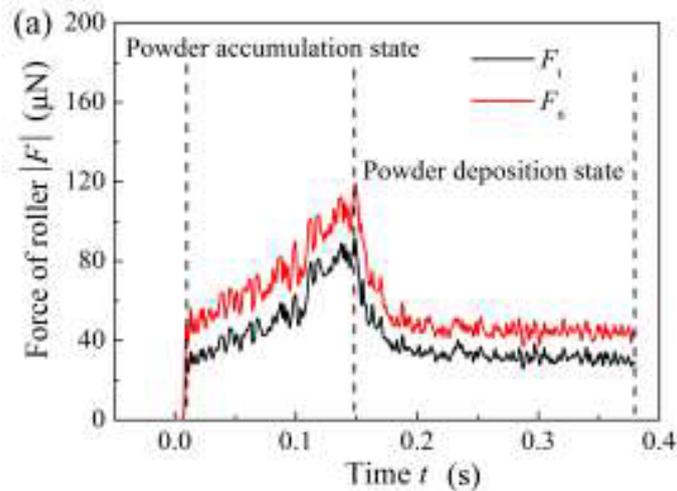


Abbildung 2-7: Die auf den Roller ausgeübten Kräfte in Abhängigkeit der Zeit [101]

Weitere Auftragsmethoden

Bei vorwärts rotierenden bzw. mitläufigen Rollern ist die Verdichtung wesentlich höher. Da die Menge des losen Pulvers vor dem Roller den Grad der Verdichtung bestimmt, resultieren ein gleichzeitiger Pulverauftrag und die Verdichtung in Defekten der Pulverschicht. Das Pulver wird so weit verdichtet, dass die entstandenen Pulveragglomerate an dem Roller haften bleiben und Defekte in der neuen Pulverschicht hinterlassen [94]. Versuche, bei denen das Pulver definiert mittels Rakel oder gegenläufigem Roller aufgebracht und anschließend mit vorwärts rotierenden Roller verdichtet wird, zeigen mit einer glatten Pulverbettsoberfläche [95] und einer hohen Pulverbettichte vielversprechende Ergebnisse, benötigen aber weitere Untersuchungen [91]. Der feststehende Roller führt zu einer höheren Oberflächenrauheit [92] und geringeren Dichte [93] des aufgezogenen Pulverbettes im Vergleich zu einem gegenläufigen Roller.

2.3.2 Schichtstärke

Die Schichtstärke beschreibt die Höhe, um welche sich die Plattform des Bauraums vor dem Auftrag einer neuen Schicht absenkt. Da in die aufgetragene Schicht, gemäß der Schichtinformation der Bauteilgeometrie, durchgängig Binder eingedrückt wird, stellt die Schichtstärke die Auflösung der gedruckten Teile in Z-Richtung dar. Weiterhin besitzt die Schichtstärke einen maßgeblichen Einfluss auf viele weitere Parameter, die Volumen- statt Schichtbezogen sind, wie beispielsweise die Menge des einzubringenden Binders.

Während des Auftrags der Pulverpartikel entspricht die Schichtstärke dem Spalt zwischen dem Roller und dem Pulverbett. Bei niedrigen Schichtstärken befinden sich daher weniger Partikel in der Verdichtungszone, auf die die Verdichtungskraft wirkt [106]. Dies führt zu einer größeren Kraft pro Partikel, wodurch Pulverbett- [91] und Grünteildichte [4, 93, 107] steigen.

Durch die höhere Koordinationszahl in den Grünteilen steigt zumeist auch die Sinterdichte [108].

Weiterhin bestehen große Wechselwirkungen zwischen der Schichtstärke und der Partikelgröße. Einerseits beeinflusst die Partikelgröße die Fließfähigkeit des Pulvers und damit auch dessen Verdichtung. Nach unten ist die Schichtstärke dadurch begrenzt, dass die Partikel durch den Rollerspalt passen müssen [109, 110]. Bei zu geringer Schichtstärke können Partikel in die Schicht darunter gedrückt werden, Risse im Pulverbett entstehen und Schichtverschiebung oder Verzug verursachen [103, 111], als auch grobe Partikel vor dem Roller hergeschoben werden, sodass sich das Pulver entmischt [112]. Die Obergrenze der Schichtstärke wird weniger durch die Partikelgröße bestimmt, sondern vielmehr durch die ausreichende Benetzung der Partikel mit Binder [113], sowie die Anbindung der Schichten untereinander. In der Literatur werden geeignete Schichtstärken zwischen dem 2-fachen und 3-fachen der mittleren Partikelgröße angegeben [10].

2.3.3 Rollerdurchmesser

Neben den einstellbaren Parametern kann durch den Austausch des Rollers auch dessen Größe variiert werden. Beim Einfluss des Rollerdurchmessers zeigen Simulationen, dass die Pulverbettichte mit größerem Rollerdurchmesser zunimmt. Dies ist bei gleicher Pulverwelle vor dem Roller auf den geringeren Kontaktwinkel zwischen Roller und Pulverbett zurückzuführen [105], der die Normalkraft erhöht, die auf das Pulver wirkt [102, 104]. Praktische Untersuchungen an Gipspulver zeigen ebenfalls, dass die Pulverbettichte mit größerem Rollerdurchmesser steigt [91]. Für Metallpulver liegen bisher keine Ergebnisse vor.

2.3.4 Auftragsgeschwindigkeit

Die Auftragsgeschwindigkeit bestimmt die Geschwindigkeit der linearen Bewegung des Rollers über das Pulverbett, wodurch das Pulver verdichtet wird. Einigen Simulationen zufolge führt eine Erhöhung der Auftragsgeschwindigkeit zu einer Zunahme der Oberflächenrauheit des Pulverbettes [90, 100, 114] und zu einer Abnahme der Pulverbettichte [90, 100, 115]. Ein anderes Modell zeigt, dass die Auftragsgeschwindigkeit keinen Einfluss auf die Pulverbettichte hat [105].

Untersuchungen zur Auftragsgeschwindigkeit zeigen ebenfalls keine einheitlichen Auswirkungen. Gabriel et al. [116] beobachten zwischen 76,3 und 254 mm s⁻¹ keine signifikanten Auswirkungen auf die Dichte und Maßhaltigkeit von Grünteilen. Shrestha und Manogharan [117] stellen eine leichte Abnahme der Eigenschaften der geprüften Proben bei Erhöhung der Auftragsgeschwindigkeit von 6 auf 14 mm s⁻¹ fest. Miyanaji et al. [118] berichten über eine höhere Grünteildichte bei höheren Auftragsgeschwindigkeit (von 5 auf 110 mm s⁻¹).

Myers et al. [119] stellten bei höheren Auftragsgeschwindigkeit von 3 auf 110 mm s⁻¹ eine Zunahme der Grünteildichte bei 30 µm Schichtstärke fest, während diese bei 50 µm Schichtstärke abnahm.

2.3.5 Rollerumdrehungsgeschwindigkeit

Die Rollerumdrehungsgeschwindigkeit ist die Rotationsgeschwindigkeit des Rollers. In Simulationen werden unterschiedliche Aussagen zum Einfluss der Rollerumdrehungsgeschwindigkeit getroffen. Nach Shanjani und Toyserkani [105] besitzt sie keinen Einfluss auf die Dichte der Grünteile. Lee et al. [115] beobachten hingegen eine Verringerung der Pulverbettichte bei höherer Rotationsgeschwindigkeit. Untersuchungen zufolge hat die Rotationsgeschwindigkeit des Rollers im Allgemeinen keinen nennenswerten Einfluss [43, 116], bis eine kritische Geschwindigkeit unterschritten wird und er wie ein Raket wirkt [87, 91, 93]. Dies ist auf die Dynamik des Pulvers vor dem Roller zurückzuführen [88].

2.3.6 Supply-to-Spread Ratio

Das Supply-to-Spread Ratio beschreibt das Verhältnis zwischen dem vom Drucker für den Schichtaufbau bereitgestelltem, losen Pulver und dem in die Pulverschicht eingebrachtem Pulver. Mit größerem Supply-to-Spread Ratio steigt die Menge an Pulver vor dem Roller. Bei Druckern, die für die Pulverzufuhr ein Pulverbett nutzen, wird das Druckbett um die Schichtstärke abgesenkt und das Pulverbett um einen bestimmten Faktor der Schichtstärke hochgefahren. Dieser Faktor beschreibt das Supply-to-Spread Ratio. Bei Druckern, bei denen die Pulverzufuhr über einen Trichter erfolgt, wird die Menge an zugeführtem Pulver über die Bewegungsgeschwindigkeit des Trichters und die Stärke des Auswurfs gesteuert. Eine quantitative Einstellung des Supply-to-Spread Ratio ist hier nicht möglich.

Einer Simulation zur Folge steigen durch eine größere Menge an Pulver der Kontaktwinkel und die Kontaktfläche zwischen Roller und Pulver. Durch die größere Menge an Pulver in der Kontaktzone wirken höhere Kräfte auf das Pulverbett, wodurch eine höhere Pulverbettichte erreicht wird [105]. In Untersuchungen hat eine Erhöhung des Supply-to-Spread Ratios noch keine einheitlichen Ergebnisse gezeigt. Während Azurmendi et al. [43] eine Erhöhung der Sinterdichte innerhalb des statistischen Fehlers feststellten, beobachteten Shrestha et al. [117] eine signifikante Verbesserung der Biegeeigenschaften von Grünkörpern, die sie auf verbesserte Pulver-Binder-Interaktion zurückführen.

2.4 Bindereintrag

Nach dem Pulverauftrag wird der Binder über einen Druckkopf selektiv in das Pulverbett eingedruckt. Der Druckkopf erzeugt Bindertröpfchen, welche die Oberfläche des Pulverbettes pe-

netrieren. Der Binder benetzt anschließend die Pulverpartikel und wird über die Kapillarkräfte in das Pulverbett gezogen. Folgend wird der Binder über eine Heizlampe getrocknet und das Lösemittel verflüchtigt sich. Je nach Binderart kann auch eine Vorvernetzung des Binders stattfinden. Nachdem das Bauteil vollständig aufgebaut ist, wird das gesamte Pulverbett mit dem Binder beim Aushärten erwärmt. Der Binder härtet vollständig aus, hält die Pulverpartikel zusammen und der Grünkörper entsteht.

2.4.1 Bindereigenschaften

Einerseits soll der Binder für eine hohe Grünteilfestigkeit sorgen, die über eine starke Adhäsion zwischen Pulverpartikel und dem Binder, sowie eine starke Kohäsion des Binders, erreicht wird. Andererseits ist die rückstandsfreie, thermische Zersetzung des Binders wichtig, um die chemische Zusammensetzung des Pulverwerkstoffs nicht zu verändern. Darüber hinaus muss die zuverlässige Verarbeitbarkeit des Binders durch den Druckkopf gewährleistet sein. So bestehen Anforderungen an Viskosität, Oberflächenspannung und die rheologischen Eigenschaften, um eine optimale Tropfenbildung zu erreichen. Werden die Anforderungen durch den Binder nicht erfüllt, kann es zu Spraybildung kommen und das präzise Einbringen des Binders beeinträchtigen. Die chemische Stabilität ist für die Verarbeitbarkeit ebenfalls wichtig, um eine ausfällen/auskristallisieren der Binderkomponenten aus dem Lösemittel zu vermeiden. Rückstände können Leitungen oder Düsen des Druckkopfes verstopfen [120].

Da in den folgenden Untersuchungen ausschließlich der Pulverauftrag und die Schichtstärke variiert werden und der Binder gleichbleibt, wird auf den Einfluss der einzelnen Bindereigenschaften an dieser Stelle nicht genauer eingegangen. Weitere Informationen sind hier zu finden [120].

2.4.2 Pulver-Binder-Interaktion

Der Binder wird durch die meist piezoelektrisch angeregten Düsen des Druckkopfes in Form von Tropfen ausgestoßen. Die erzeugten Bindertropfen treffen auf das Pulverbett, wo sie miteinander interagieren. Die Pulver-Binder-Interaktion kann in eine durch den Aufprall und in eine durch die Kapillarkräfte verursachte Ausbreitungsphase unterteilt werden. Während die Geschwindigkeit des Tropfens und die Pulverkohäsion das Aufprallverhalten bestimmen, ist in der zweiten Phase die Kapillarwirkung der Partikel der dominierende Effekt für die Ausbreitung des Binders.

Parab et al. [121] untersuchen die Pulver-Binder-Interaktion bei aufeinanderfolgenden Bindertropfen in einem Binder Jetting Drucker mit Hochgeschwindigkeits-Röntgenaufnahmen. Das Auftreffen der Bindertropfen führt zu Defekten im Pulverbett. Partikel werden durch den

Tropfen nach unten verschoben oder aus dem Pulverbett ausgeschleudert. Die Tiefe der Defekte nimmt mit zunehmender Partikelgröße zu, da die Kohäsionskräfte zwischen den Partikeln geringer werden. Weiterhin ist die Interaktionstiefe bei unregelmäßig geformten Partikeln höher, was auf die stärkere mechanische Verzahnung der Partikel zurückzuführen ist.

Als Hauptmechanismen für die Beeinträchtigung des Pulverbettes identifizieren Parab et al. die Kraterbildung durch den Aufprall des Tropfens und die Kompression des Pulverbettes. Die Anzahl der ausgeworfenen Partikel ist bei runden, frei fließenden Pulvern höher als bei unregelmäßigen Pulvern. Bei Pulvern ähnlicher Morphologie und Dichte, aber unterschiedlicher Partikelgröße, ist die Anzahl der Partikel ebenfalls ähnlich (Abbildung 2-8). Das Volumen der ausgeworfenen Partikel ist bei dem gröberen Pulver damit jedoch deutlich höher. Die ausgeworfenen Partikel hinterlassen bei großen kugelförmigen Pulvern Bereiche im Pulverbett mit geringerer Dichte. Weiterhin zeigt sich bei Partikeln unter 10 μm beim Eintrag aufeinander folgender Tropfen, eine kugelförmige Agglomeration.

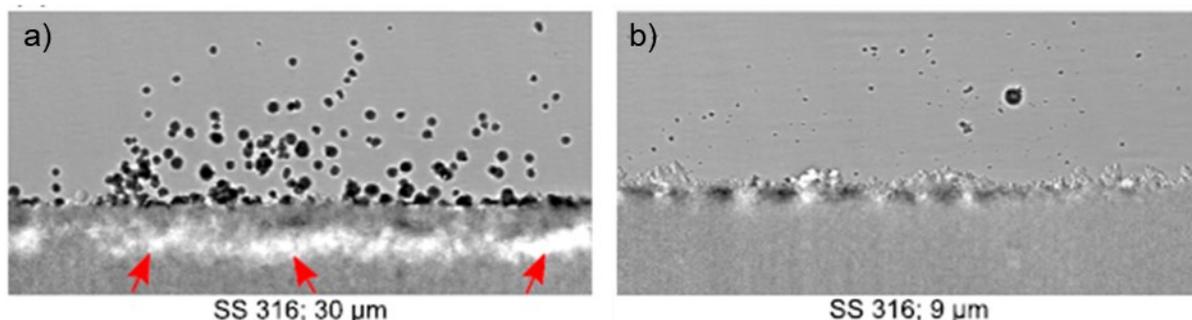


Abbildung 2-8: Hochgeschwindigkeits-Röntgenaufnahmen des Pulverbetts nach dem Auftreffen von Bindertropfen. Sie zeigen das Ausstoßverhalten von Partikeln für a) 30 μm und b) 9 μm Pulver. Die roten Pfeile markieren Bereiche im Pulverbett mit geringerer Dichte [121].

Emady et al. [122] untersuchen den Aufprall einzelner Tropfen auf die Oberfläche von Pulvern. Abhängig von der Pulverbettdichte und der Partikelgröße werden drei verschiedene Mechanismen identifiziert. Bei feineren, kohäsiven Pulvern mit niedrigen Pulverbettdichten tritt Tunnelbildung auf (Abbildung 2-9; a). Das lose Pulverbett ist inhomogen und besitzt größere lose Agglomerate mit großen Poren. Beim Auftreffen des Tropfens auf das Pulverbett prallt er ab und bewegt sich, bis er eine Ruheposition einnimmt. Die Kapillarkraft der Agglomerate ist größer als die Adhäsionskraft zwischen den Partikeln, sodass Partikel in den Tropfen gezogen werden. Weitere Partikel dringen in den Tropfen ein und wandern in das Tropfeninnere. Das weitere Eindringen von Partikeln in den Tropfen erhöht dessen Gewicht, wodurch das lose Pulverbett unter dem Tropfen zusammenbricht. Das Pulver-Binder-Aggregat „gräbt“ sich in das Pulverbett und bildet so einen „Tunnel“.

Bei größeren Partikeln und hohen, homogenen Pulverbettichten werden hingegen Ausbreitung und Kraterbildung beobachtet. Trifft ein Tropfen mit geringer Geschwindigkeit auf das dichte Pulverbett, kommt es zur Ausbreitung (Abbildung 2-9; b). Bei der Ausbreitung verformt sich der Tropfen nach dem Auftreffen auf die Pulverbett Oberfläche und schießt eine geringe Menge an Partikeln heraus. Die Flüssigkeit breitet sich auf der Oberfläche aus, während sie gleichzeitig durch Kapillarkräfte in das Pulverbett eindringt. Da das Eindringen ins Pulverbett im Vergleich zur Ausbreitung langsamer ist, entstehen flache Aggregate.

Beim Auftreffen eines Tropfens mit hoher Geschwindigkeit bildet der Tropfen einen Krater im Pulverbett (Abbildung 2-9; c). Der Tropfen breitet sich an den Wänden des Kraters aus und nimmt Partikel von der Pulveroberfläche auf. Diese bilden eine Schicht auf der Tropfenoberfläche, welche in Verbindung mit der steilen Oberfläche des Kraters die Ausbreitung des Tropfens hemmt. Der Tropfen zieht sich wieder zusammen und dringt durch die Kapillarkräfte in das Pulverbett ein und bildet runde Aggregate.

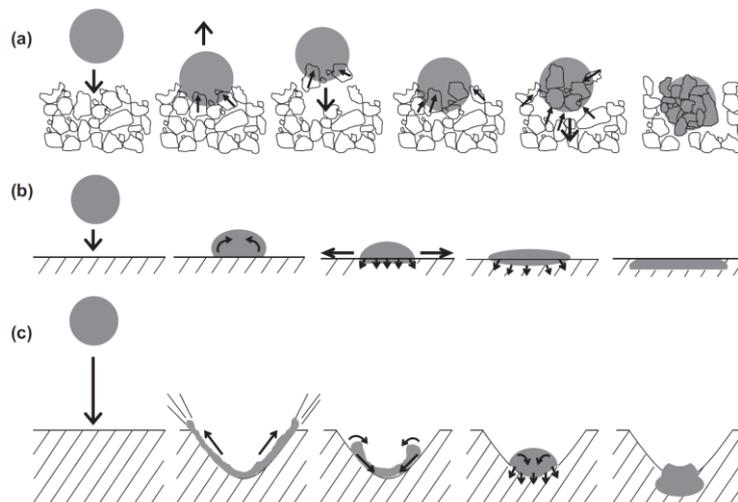


Abbildung 2-9: Schematische Darstellung der drei Mechanismen des Tropfeneintrags: (a) Tunnelbildung, (b) Ausbreitung und (c) Kraterbildung [122]

Nachdem der Bindertropfen auf dem Pulverbett aufgetroffen ist und die Partikel an der Oberfläche benetzt hat, beginnt der Bindertropfen die Oberfläche des Pulverbettes zu durchdringen. Durch die Kapillarkräfte dringt der Binder weiter in das Pulverbett ein. Dieser Prozess setzt sich fort, bis kein Binder mehr auf der Oberfläche befindet und der Porenraum innerhalb eines Aggregates mit Binder gefüllt ist. Die Kapillarkräfte der umliegenden Poren zieht den Binder aus den gesättigten Bereichen, bis sich ein Gleichgewichtszustand eingestellt hat [123]. Diese Gleichgewichtssättigung ist spezifisch für jede Pulver-Binder-Kombination und beschreibt wie viel Binder ein Pulver unter Gleichgewichtsbedingungen aufnehmen kann [124]. Die Sättigung ist definiert als Verhältnis von Bindervolumen zu Porenvolumen.

Untersuchungen von Miyajiri et al. [125] zeigen, dass die Kapillarkräfte über einen breiten Sättigungsbereich nahezu konstant sind, sodass Bauteile mit unterschiedlichen Sättigungen dennoch formstabil aufgebaut werden können. Liegt die eingedruckte Menge an Binder oberhalb des Sättigungsbereiches, fließt der Binder aus der vorgegebenen Geometrie heraus. Bei einer zu geringen Bindersättigung besitzt der spätere Grünkörper aufgrund einer ungenügenden Partikel- und Schichtenanbindung keine ausreichende mechanische Festigkeit.

2.5 Sinterprozess

Nach German [126] ist das Sintern definiert als „Wärmebehandlungsverfahren zur Verbindung von Partikeln zu einer kohärenten, überwiegend festen Struktur durch Massentransportvorgänge, die oft auf atomarer Ebene stattfinden. Die Bindung führt zu einer verbesserten Festigkeit und niedrigeren Systemenergie.“ Die Triebkraft für die Verdichtung eines Pulverkörpers ist die Änderung der freien Energie maßgeblich durch Verringerung der Oberfläche und Senkung der freien Oberflächenenergie.

Der Sinterprozess überführt somit den aus Pulver und Binder bestehenden Grünkörper im Anschluss an das Entbindern in ein Bauteil. Meist kommt es während des Sinterns zu einer Verdichtung und daraus resultierend einer Schwindung des Pulverkörpers, bei der die gewünschten Materialeigenschaften eingestellt werden. Abhängig vom Werkstoff können unterschiedliche Sintermechanismen genutzt werden. Neben dem Festphasensintern, bei dem alle Prozesse in der festen Phase stattfinden, tritt beim Flüssigphasensintern eine Schmelze auf. Der in der vorliegenden Arbeit verwendete Werkstoff wird vorzugsweise in der Festphase gesintert, weshalb sich die folgenden Betrachtungen darauf beschränken. Das Festphasensintern kann in drei Stadien eingeteilt werden:

Im **Anfangsstadium** kommt es zur Kontaktbildung und zum Kontaktwachstum benachbarter Pulverteilchen, wobei sich Kontaktpunkte zwischen den Pulverteilchen zu Kontaktflächen vergrößern, wodurch sich Materialbrücken bilden. Diese sogenannten Sinterhälse entstehen hauptsächlich durch Oberflächendiffusion und führen zu einer Verschlingung der Partikel

Während des **Zwischenstadiums** wachsen die Sinterhälse unter Annäherung der Partikelzentren. Es kommt zur Ausbildung von Kontaktflächen zwischen den Partikeln, wodurch sich die Form so weit verändert, dass sie nicht mehr als einzelne Pulverteilchen zu erkennen sind und ein polykristalliner Körper entsteht. Ein zusammenhängendes Porennetzwerk entsteht, das mit zunehmender Dauer und Temperatur dichter wird.

Der Beginn des **Endstadiums** erfolgt mit dem Übergang von offener zu geschlossener Porosität, wobei sich das Porennetzwerk zu einzelnen Poren abschnürt. Dieser Vorgang ge-

schiebt in der Regel zwischen 5 - 10% Restporosität [127]. Die Porengröße nimmt ab und es kommt zu Kornwachstum.

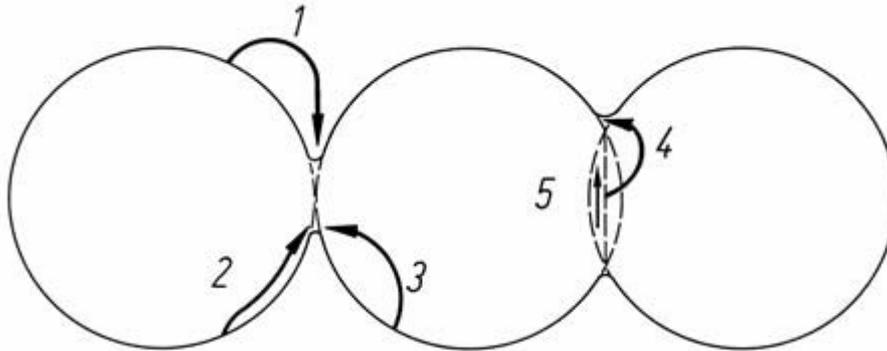


Abbildung 2-10: Transportmechanismen des Sinterns am Zwei-Teilchen-Modell: 1 Verdampfung und Wiederkondensation, 2 Oberflächendiffusion, 3 Volumendiffusion von der Oberfläche, 4 Volumendiffusion von der Korngrenze, 5 Grenzflächendiffusion entlang der Korngrenze. Abbildung nach [127]

Die zur Verdichtung notwendige Materialumlagerung findet während des Sinterns durch Diffusionsprozesse auf atomarer Ebene statt. Die vorliegenden Transportmechanismen sind anhand des idealisierten *Zwei-Teilchen-Modells* in Abbildung 2-10 dargestellt. Sie können in nicht verdichtende und verdichtende Mechanismen unterteilt werden. Zu den nicht verdichtenden Mechanismen zählen Verdampfung und Wiederkondensation (1), Oberflächendiffusion (2) und von der Oberfläche ausgehende Volumendiffusion (3). Zu den verdichtenden Mechanismen, bei denen eine Zentrumsannäherung stattfindet, zählen von der Korngrenze ausgehende Volumendiffusion (4), sowie Grenzflächendiffusion entlang der Korngrenze (5) [127]. Eine tiefgehende und analytische Betrachtung der allgemeinen Sintervorgänge findet sich in [108, 126–129].

Einfluss der Koordinationszahl

Der Materialtransport während des Sinterns erfolgt über die Kontaktpunkte zwischen den Partikeln. Die Anzahl der Kontaktpunkte eines Partikels wird als „Koordinationszahl“ bezeichnet. Im Grünteilzustand liegen abhängig von der Packungsdichte fünf bis sechs Kontakte pro Teilchen vor [108]. Mit dem Voranschreiten des Sinterprozesses verdichtet der Pulverkörper, was zur Bildung neuer Partikelkontakte führt. Bis zur vollen Dichte erhöht sich die Koordinationszahl auf durchschnittlich 13 bis 14 Kontaktpunkte pro Korn. Experimentell konnten bei 97% relativer Dichte zwischen 10 und 12 Kontaktpunkte beobachtet werden. Mit zunehmender Verdichtung steigen die Sinterseigenschaften, da sowohl die Anzahl als auch die Größe der Bindungen zwischen den Körnern zunimmt. Die Koordinationszahl N_c steht nach Gleichung (2-1) im Verhältnis zur relativen Dichte f [108]:

$$N_C = 2 + 11 * f^2 \quad (2-1)$$

Die Koordinationszahl des Grünteils wirkt sich erheblich auf die Verdichtung während des Sinterns aus. Da der Materialtransport über die Kontaktpunkte erfolgt, fördern höhere Koordinationszahlen den Verdichtungsprozess. Dies kann sowohl für höhere Koordinationszahlen bei gleicher Gründichte [130], als auch für höhere Koordinationszahlen durch höhere Grünteildichten [35] beobachtet werden. Bei höheren Grünteildichten muss weiterhin weniger Porenvolumen aufgefüllt werden, wodurch ebenfalls weniger Bewegungen der Atome erforderlich sind.

2.6 Werkstoff 316L

Zu den am häufigsten verarbeiteten und am besten erforschten Werkstoffen gehören in der sinterbasierten Fertigung rostfreie Edelstähle, insbesondere die austenitische Legierung Al-SI 316L (1.4404; X2CrNiMo17-12-2) [12, 31, 45, 131–135]. Neben einer guten Temperaturbeständigkeit und Schweißfähigkeit bietet die Legierung eine gute Korrosions- und Oxidationsbeständigkeit. Letztere beiden sind vor allem für das MBJ vorteilhaft, da sowohl während des Druckprozesses, als auch während des Aushärtens des Binders keine chemischen Wechselwirkungen mit dem Binder oder der Atmosphäre zu erwarten sind [12]. Durch die weite Verbreitung des Werkstoffs besteht eine gute Verfügbarkeit von Metallpulvern in unterschiedlichen Partikelgrößenverteilungen.

Das Sinterverhalten des Werkstoffs ist umfassend in der Literatur beschrieben. Die Sinter-temperatur liegt in einem Temperaturfenster zwischen 1280 °C [136] bei MIM-Teilen und bis zu 1390 °C bei MBJ-Teilen [134]. Die Sinter-temperatur wirkt sich, neben der Verdichtung, auch auf die Phasenbildung während des Sinterns aus. Ab einer Temperatur von 1350 °C wird delta-Ferrit gebildet, mit zunehmender Temperatur steigt der Anteil an [31]. Ein höherer delta-Ferrit Anteil führt zu niedrigeren mechanischen Eigenschaften [137].

Weitreichende Erkenntnisse liegen auch hinsichtlich der Ofenatmosphäre während des Sinterns vor. Beim Sintern unter Stickstoff reagiert die Ofenatmosphäre mit dem Chrom des Werkstoffes und bildet Chromnitride, die sowohl die Verdichtung, als auch das Korrosionsverhalten beeinträchtigen [135]. Das Sintern unter inertem Argon finden keine Reaktionen mit dem Werkstoff statt, was das korrosionsverhalten gegenüber Stickstoff verbessert [135]. Die Molekulargröße des Argons ist jedoch so groß, dass der Werkstoff keine Löslichkeit für das Prozessgas besitzt, wodurch es beim Erreichen der geschlossenen Porosität während des Sinterns in der Probe verbleibt. Mit dem Voranschreiten der Verdichtung steigt der Gasdruck der Poren, bis der Gegendruck so groß ist, dass die Verdichtung zum Erliegen kommt

und Porosität zurückbleibt [135]. Beim Sintern unter Hochvakuum werden Dichten von über 98% erreicht [133]. Chrom kann aufgrund des Dampfdrucks jedoch in die Atmosphäre abdampfen und so die Korrosionseigenschaften beeinträchtigen. Ein geringer Partialdruck von Argon kann dem Effekt entgegenwirken [138]. Beim Sintern unter Wasserstoff werden Oxide auf den Oberflächen reduziert, was das Verdichtungsverhalten fördert und zu Dichten von über 98,7% führt [45]. Die hohe Wärmeleitfähigkeit von Wasserstoff trägt zu einer gleichmäßigen Erwärmung bei [30]. Weiterhin wirkt Wasserstoff im Prozessgas reduzierend, wodurch niedrigere Kohlenstoffgehalte im Bauteil erreicht und die Korrosionseigenschaften verbessert werden [135].

2.7 Fazit zum Stand der Technik

Das Metal Binder Jetting (MBJ) bietet im Vergleich zu anderen Additiven Fertigungsverfahren sowohl technologische als auch wirtschaftliche Vorteile durch getrennte Formgebungs- und Verdichtungsschritte. Für eine hohe Verdichtung der Bauteile beim Sintern werden Grünteile mit dichter und homogener Pulverpackung benötigt, die zugleich eine hohe Sinteraktivität besitzen. Die hohe benötigte Sinteraktivität macht die Verarbeitung feiner, im Metallpulverspritzguss verwendeter, Pulver erforderlich. Hieraus ergeben sich beim MBJ neue Herausforderungen, da das Auftragsverhalten feiner Pulver bisher nur unzureichend untersucht wurde [139] und weitere Fortschritte erfordert [140]. Die Relevanz des Themas lässt sich auch daraus ableiten, dass ein Großteil der Literatur zum Auftrag feiner Pulver beim MBJ innerhalb der letzten 3 Jahre veröffentlicht wurde. Die wesentlichen Erkenntnisse lassen sich wie folgt zusammenfassen:

Pulver

- Die **Morphologie** des Pulvers bestimmt dessen Fließfähigkeit und Packungsdichte. Unregelmäßig geformte und spratzige Pulver lassen sich nur schwer auftragen und weniger dicht packen. Die geringere Packungsdichte im Vergleich zu sphärischen Partikeln führt zu einer niedrigeren Koordinationszahl, was das Sintern dieser Pulver erschwert. Sphärische Pulver weisen bessere Fließ- und Packungseigenschaften, sowie ein besseres Verdichtungsverhalten auf.
- Die **Partikelgrößenverteilung** wirkt sich über die mittlere Größe und die Verteilungsbreite des Pulvers auf die Fließfähigkeit, die Packungsdichte und die Sinterfähigkeit aus. Insgesamt sintern feinere Pulver besser, während sich größere Pulver besser packen und verarbeiten lassen. Ähnlich verhält es sich mit der Verteilungsbreite, bei der breitere Verteilungen zwar schlechter fließen, aber zu höheren Packungsdichten

führen. Die Wahl der Partikelgrößenverteilung stellt somit einen Zielkonflikt zwischen der Verarbeitbarkeit und den Eigenschaften dar.

- Die **Feuchtigkeit** von Pulvern beeinflusst dessen interpartikuläre Wechselwirkungen und somit dessen Eigenschaften. Mit zunehmendem Feuchtigkeitsgehalt sinken die Fließfähigkeit und die Packungseigenschaften. Spezifische Auswirkungen auf den MBJ-Prozess wurden bisher nicht gezeigt.
- **Beziehung zwischen den Partikel-, bzw. Pulvereigenschaften und dem Prozessverhalten:** In bisherigen Untersuchungen konnten grundlegende Zusammenhänge zwischen den Partikel-, bzw. Pulvereigenschaften, wie sie mit standardisierten Methoden ermittelt werden, und dem Prozessverhalten des Pulvers im MBJ-Prozess gezeigt werden. Eine direkte Korrelation konnte bisher jedoch nicht nachgewiesen werden.

Pulverauftrag

- **Auftragsmethode:** Pulver mit für den Sinterprozess förderlichen Eigenschaften weisen in der Regel eine geringe Fließfähigkeit auf, wodurch ein gegenläufig rotierender Roller vorteilhaft für den MBJ-Prozess ist. Da die Kombinationen aus mehreren Methoden bislang weitestgehend unerforscht sind, ist der einfache gegenläufig rotierende Roller die geeignetste Auftragsmethode.
- Die **Parameter des Pulverauftrags** setzen sich aus der Auftragsgeschwindigkeit, der Rollerumdrehungsgeschwindigkeit und dem Supply-to-Spread Ratio zusammen. Weiterhin sind die Schichtstärke und der Rollerdurchmesser einflussreiche Parameter auf die Pulverbett- und Grünteildichte. Der Einfluss der einzelnen Pulverauftragsparameter wurde bisher weitestgehend isoliert untersucht und mögliche Kombination bzw. die Wechselwirkungen untereinander kaum betrachtet.

Bindereintrag

- Die aus zwei Phasen bestehende **Pulver-Binder-Interaktion** wird maßgeblich durch die Pulverkohäsion und Pulverbettdichte bestimmt. Beim Aufprall der Bindertropfen entstehen Defekte im Pulverbett. Die Tiefe der Defekte nimmt mit zunehmender Partikelgröße ab, da die Kohäsionskräfte zwischen den Partikeln geringer werden. Bei der Ausbreitung des Binders im Pulverbett führen die, über einen breiten Sättigungsbereich nahezu konstanten Kapillarkräfte, dazu, dass Bauteile über einen breiten Sättigungsbereich formstabil aufgebaut werden können.

Die bisherigen Untersuchungen zeigen die komplexen Wechselwirkungen zwischen der Pulverauswahl, dem Pulverauftrag und dem Bindereintrag innerhalb der Prozesskette des Metal

Binder Jettings. Der Einfluss vieler Parameter wurde bisher weitestgehend isoliert untersucht und ihre Wechselwirkungen untereinander kaum betrachtet.

3 Fragestellung

Im Rahmen dieser Dissertation soll eine umfassende Untersuchung des Pulverauftrags beim Metal Binder Jetting erfolgen, um ein grundlegendes Verständnis zum Einfluss der Auftragsparameter und der Pulvereigenschaften ermöglichen. Die Auswirkungen der Prozessparameter werden hinsichtlich der Partikelanordnung in den Grünteilen und des Verdichtungsverhaltens beim Sintern untersucht. Als Modellwerkstoff wird der austenitische, korrosionsbeständige Edelstahl 316L verwendet.

Ein weiterer Fokus liegt auf dem Auftragsverhalten verschiedener Partikelgrößenverteilungen von Pulvern mit sphärischer Morphologie. Dabei wird sowohl der Einfluss unterschiedlicher Pulvereigenschaften wie die Partikelgröße und die Verteilungsbreite, als auch der Konditionierungszustand betrachtet. Der Einfluss der Pulvereigenschaften wird hinsichtlich des Packungsverhaltens im Pulverbett, der Grünteilstruktur beeinflussenden Pulver-Binder-Interaktion und des Verdichtungsverhaltens untersucht. Anhand der erzielten Ergebnisse soll eine Korrelation zwischen Pulvereigenschaften und den Prozesseigenschaften der Pulver hergestellt werden, um eine Bewertung der Prozesseignung von Pulvern zu ermöglichen.

Aus den genannten Untersuchungszielen ergeben sich folgende wissenschaftliche Fragestellungen:

- Inwiefern beeinflusst die Pulverkonditionierung (Trocknung) die Grün- und Sinterteileigenschaften beim Metal Binder Jetting?
- Wie wirken sich die Prozessparameter beim Pulverauftrag des Metal Binder Jettings aus?
- Inwieweit beeinflusst die Partikelgrößenverteilung das Packungsverhalten beim Pulverauftrag, die Pulver-Binder-Interaktion beim Bindereintrag und das Verdichtungsverhalten im Sinterprozess?
- Lässt sich über standardisierte Charakterisierungsmethoden das Packungsverhalten eines Pulvers im Metal Binder Jetting Prozess vorhersagen?

3.1 Vorgehensweise

Zur Beantwortung der wissenschaftlichen Fragestellungen wird die Arbeit in drei Phasen gegliedert, was in Abbildung 3-1 veranschaulicht ist.

In Phase I werden in einem Parameterscreening mittels statistischer Versuchsplanung die grundlegenden Einflussfaktoren auf den Pulverauftrag bestimmt. Hierbei werden die Prozessparameter Schichtstärke, Rollerdurchmesser, Auftragsgeschwindigkeit, Rollerumdrehungsgeschwindigkeit und Supply-to-Spread Ratio betrachtet. Sowohl die Haupteffekte als

auch mögliche Wechselwirkungen der Auftragsparameter werden hinsichtlich Grünteil- und Sinterdichte untersucht. Das Screening wird mit einem Pulver in unterschiedlichen Konditionierungszuständen (getrocknet und unkonditioniert) durchgeführt.

In Phase II werden aufbauend auf den Erkenntnissen aus Phase I, die beiden Auftragsparameter Schichtstärke und Auftragsgeschwindigkeit umfassend charakterisiert. Hierbei wird ausschließlich Pulver im getrockneten Zustand verwendet. Über die bisherigen Charakterisierungsmethoden der Phase I hinausgehend wird die Mikrostruktur ausgewählter Grün- und Sinterteile mittels Röntgen-Computertomographie analysiert. Weiterhin wird die Schwindung und deren Anisotropie untersucht.

In Phase III wird das Auftragsverhalten verschiedener Partikelgrößenverteilungen in Abhängigkeit der Schichtstärke untersucht. Ausgehend von den Erkenntnissen der vorherigen Phase wird neben der Grünteildichte und den vom Verdichtungsprozess abhängigen Kenngrößen auch die Pulverbettdichte ermittelt. Darüber hinaus werden die Pulvereigenschaften umfassend charakterisiert, um eine Beziehung zwischen den, mit standardisierten Methoden messbaren, Partikel- bzw. Pulvereigenschaften und dem Prozessverhalten der Pulver herzustellen.

Im Rahmen dieser Einteilung werden die Phasen einzeln betrachtet. Entsprechend werden sie in eigenen Kapiteln mit Einleitung, Ergebnissen, Diskussion und Fazit behandelt. Abschließend werden die gewonnenen Erkenntnisse zusammengefasst und bewertet. Weiterhin wird ein Ausblick gegeben.

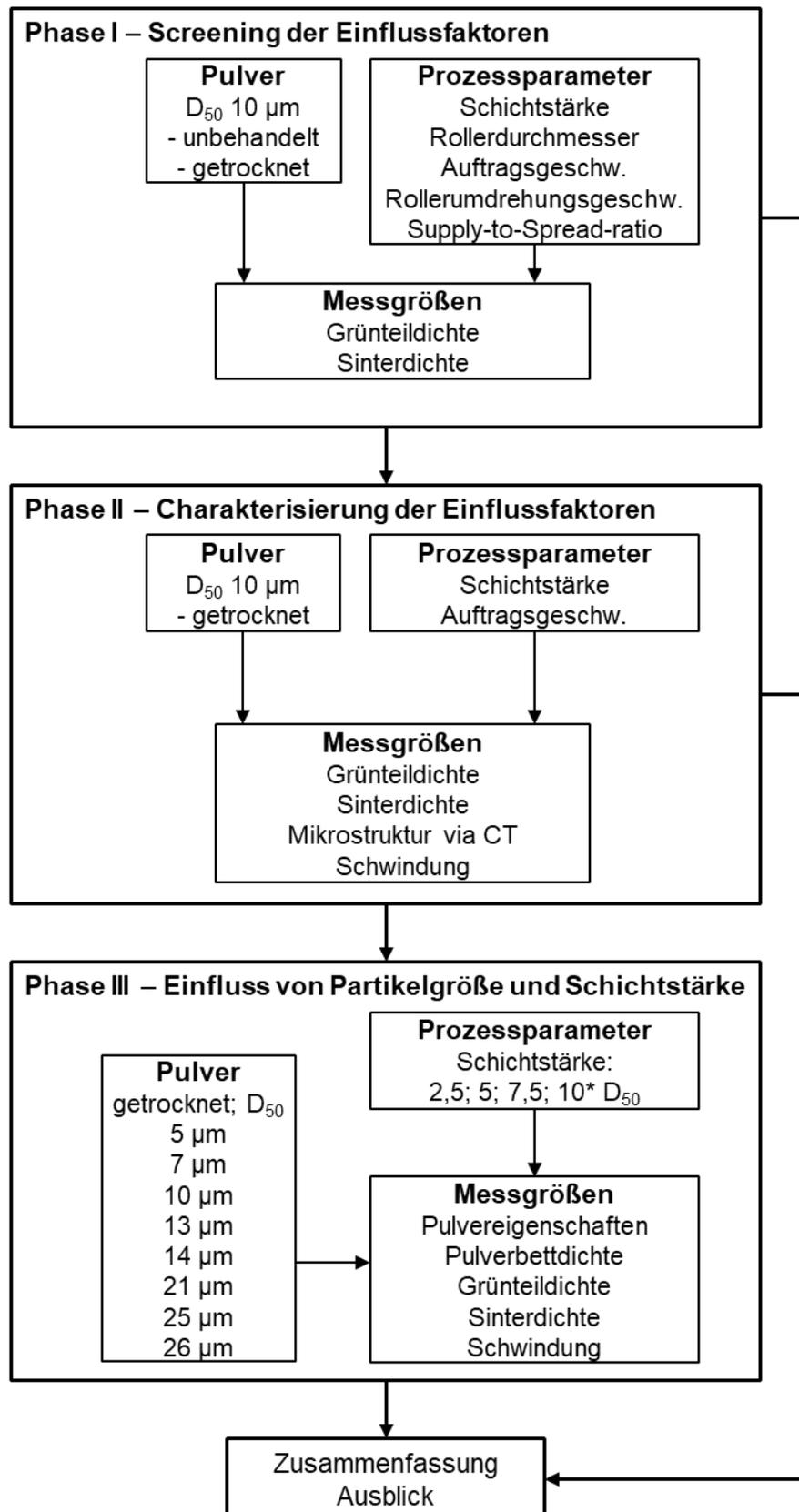


Abbildung 3-1: Verlaufsdiagramm der Phasen der Doktorarbeit mit den variierten Pulvern und Prozessparametern sowie der ermittelten Messgrößen.

4 Experimentelle Methoden

4.1 Ausgangspulver

Als Ausgangspulver werden Pulver unterschiedlicher Partikelgrößen des rostfreien Edelstahls 316L der Hersteller Sandvik Osprey Ltd (Sandvik) und Renishaw plc (Renishaw) verwendet. Die nominelle Bezeichnung der Pulver weicht dabei von der in dieser Arbeit verwendeten Bezeichnung ab. Eine Zuordnung der Bezeichnungen ist in Tabelle 4-1 zu finden. Die Eigenschaften der Pulver sind in den Kapiteln 5.2.1 (Phase I), 6.2.1 (Phase II) und 7.2.1 (Phase III) dargestellt.

Tabelle 4-1: Zuordnung der Bezeichnungen der Ausgangspulver

Hersteller	Bezeichnung			
	nominell	Phase I	Phase II	Phase III
Sandvik	d ₉₀ -10 µm			5 µm
Sandvik	d ₉₀ -16 µm			7 µm
Sandvik	d ₉₀ -22 µm	d ₉₀ -22 µm	d ₉₀ -22 µm	10 µm
Sandvik	d ₈₀ -22 µm			13 µm
Sandvik	-32 µm			14 µm
Sandvik	-38 µm			21 µm
Sandvik	-53 µm			25 µm
Renishaw	15 - 45 µm			26 µm

4.2 Pulveranalytik

4.2.1 Partikelmorphologie

Die Aufnahme der Partikelmorphologie erfolgt mit einem Rasterelektronenmikroskop (EVO MA 10, Zeiss, Deutschland). Die aufgenommenen Bilder ermöglichen eine qualitative Beschreibung der Partikelmorphologie. Für die Aufnahmen werden eine sekundäre Elektrode SE2 als Detektor und ein Inlens Detektor genutzt.

4.2.2 Partikelgrößenverteilung

Die Partikelgrößenverteilung wird mit dem LS 13 320 (Beckman Coulter, USA), Universal Liquid Module, über dynamische Lichtstreuung nach DIN EN 13320 ermittelt. Für die Messung der Partikelgrößenverteilung wird das Pulver in Ethanol vordispersiert. Nach der ersten Messung erfolgt eine Behandlung im Ultraschallbad, um Agglomerate aufzubrechen, bevor ein zweites Mal gemessen wird.

4.2.3 Fließfähigkeit

Die Fließzeit und die Fließrate wird nach DIN EN ISO 4490 mit dem Hall Trichter ermittelt. Eine definierte Masse an Pulver fließt durch den Trichter und die Fließzeit wird gemessen.

Die dynamische Fließfähigkeitsmessung erfolgt mittels Revolution Powder Analyzer (Mercury Scientific Inc., USA) Zur Bestimmung der Werte Lawinenwinkel, Lawinenenergie, Lawinenzeit und Fraktalität werden die Messungen von 300 Lawinen mit $0,5 \text{ U min}^{-1}$ durchgeführt.

Die Bestimmung des Schüttwinkels erfolgt nach DIN ISO 4321. Eine definierte Masse an Pulver fließt durch einen Trichter und trifft auch ein kreisrundes Podest. Über die Höhe des entstehenden Pulverkegels mit der Schüttwinkel berechnet.

Die Hausner-Ratio wird über die Division der Klopfdichte durch die Schüttdichte ermittelt, welche in Kapitel 4.1.4 beschrieben sind.

4.2.4 Packungsdichte

Die Ermittlung der Schüttdichte wird nach Norm DIN EN ISO 3923-2 durchgeführt. Dafür wird eine Pulvermenge mithilfe eines Scott-Volumeters in einen 25 ml großen Becher gefüllt. Nach dem Einfüllen des Pulvers wird der Behälter abgestrichen und mit einer Waage die Masse des Pulvers ermittelt.

Die Ermittlung der Klopfdichte wird nach Norm DIN EN ISO 3954 an einem Dual Autotap (Quantachrome Instruments, USA) durchgeführt. Eine definierte Pulvermenge von $50 \pm 0,2 \text{ g}$ wird in einen 25 ml großen Messzylinder gegeben und mit der Hilfe des Klopffapparates über eine Anzahl von 3000 Schlägen verdichtet. Anschließend wird das Volumen an der Skala abgelesen.

4.2.5 Spezifische Oberfläche

Die spezifische Oberfläche von Pulvern wird mittels Gasadsorption nach DIN ISO 9277 ermittelt. Dafür wird ein Gas über die Pulverprobe geleitet und die freiwerdende Gasmenge der Adsorptions- und Desorptionsvorgänge gemessen. Diese ist proportional zur Gesamtoberfläche des Pulvers.

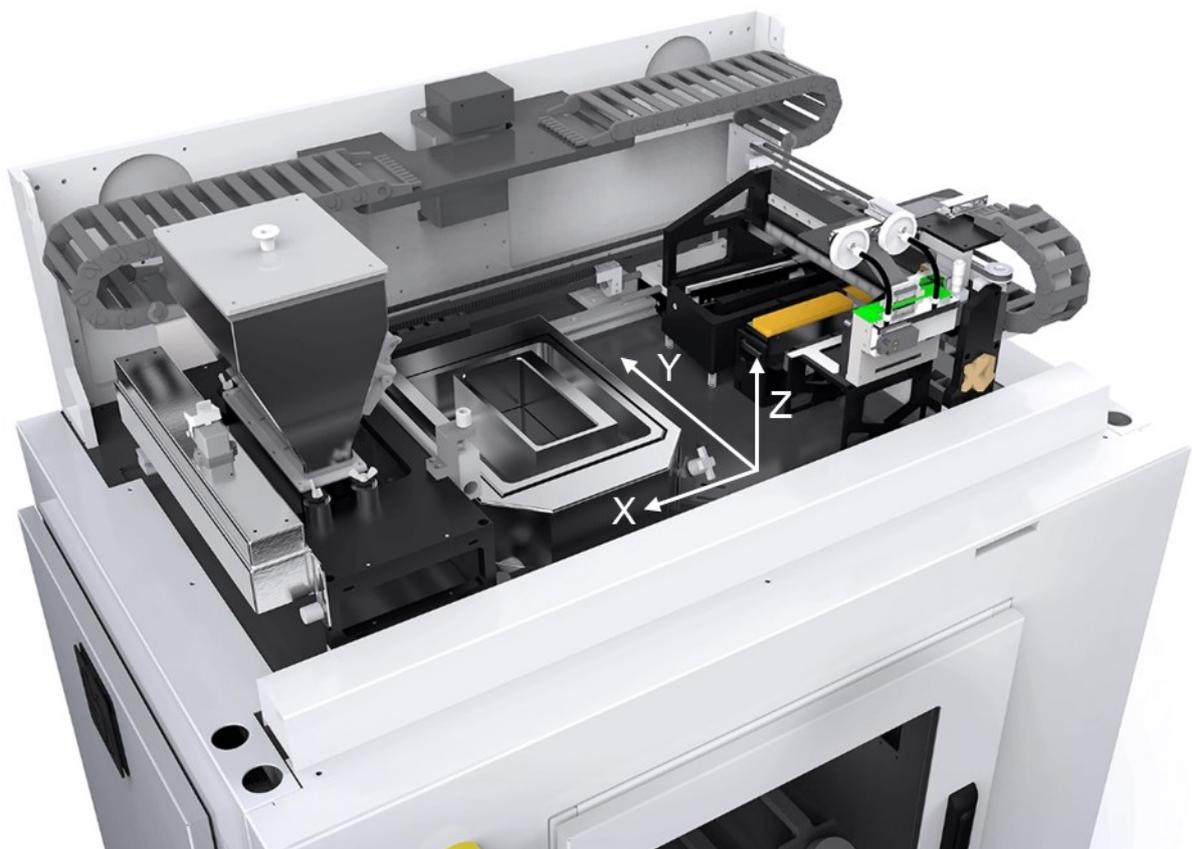
4.2.6 Pyknometrische Dichte

Die Dichte der Pulver wird mittels Gaspyknometrie (Quantachrome Ultrapyknometer, Quantachrome Instruments, USA) nach DIN 66137-2 ermittelt. Das Messverfahren beruht auf der Verdrängung des im Pyknometer befindlichen Gases. Dabei wird erst das leere, mit Gas gefüllte Pyknometer gewogen und anschließend das zu messende Pulver in das Gefäß

gegeben. Aus dem gemessenen Gewichtsunterschied zwischen dem vollen und dem leeren Gefäß, sowie dem verdrängten Volumen wird die Dichte des Pulvers berechnet.

4.3 Probenherstellung

Zur Probenherstellung wird der Binder Jetting Drucker Innovent+ (The ExOne Company, USA) genutzt. Der Aufbau ist in Abbildung 4-1 abgebildet. Das Pulver wird mittels Trichter von oben auf das Pulverbett aufgetragen und mit einem Roller verdichtet. Der Pulverauftrag erfolgt entlang der X-Achse. Anschließend wird der Binder eingedruckt, Druckkopf fährt für diesen Vorgang entlang der Y-Achse. Für die nächste Schicht wird die Bauplattform entlang der Z-Achse abgesenkt.



<https://www.exone.com/de-DE/3D-printing-systems/metal-3d-printers/innovent+>
Abbildung 4-1: Aufbau des Innovent+ Druckers [141]

4.3.1 Pulveraufbereitung

In Phase I werden zuerst alle Versuche mit dem unkonditionierten Pulver durchgeführt, anschließend folgten die Versuche mit getrocknetem Pulver. Das Pulver wird in beiden Zuständen wiederverwendet. Daher werden die Pulver aus dem Entpulvern, dem Überlauf und das Restpulver aus dem Trichter gemischt. Anschließend wird das Pulver entweder gesiebt und

direkt in den Trichter zurückgegeben (unkonditioniert) oder vor der Rückführung in den Trichter getrocknet und gesiebt. Zum Trocknen wird das Pulver für vier Stunden in einem Ofen an Luft bei 180 °C erwärmt. Der Druckvorgang wird gestartet, sobald das Pulver auf unter 40 °C abgekühlt ist. In Phase II & III erfolgt die Pulveraufbereitung analog zum getrockneten Pulver in Phase I.

4.3.2 Druckprozess

In Phase I & II der Arbeit werden pro Druckjob 60 Würfel mit einer Kantenlänge von 10 mm zur Bestimmung der Grünteil- und Sinterdichte, sowie der Schwindung, gedruckt. Die Positionierung der Würfel erfolgt gemäß Abbildung 4-2a gleichmäßig in der XY-Ebene des Bau-raums. In Phase 3 wird das Drucklayout angepasst (Abbildung 4-2b), sodass neben den verbleibenden 18 Würfeln mit einer Kantenlänge von 10 mm auch 4 Behälter zur Ermittlung der Pulverbett-dichte gedruckt werden. Die Innenabmessungen der Behälter betragen 25 mm Breite, 24 mm Länge und eine Höhe von 8,5 mm. Die weiteren mitgedruckten Proben werden im Rahmen dieser Arbeit nicht untersucht.

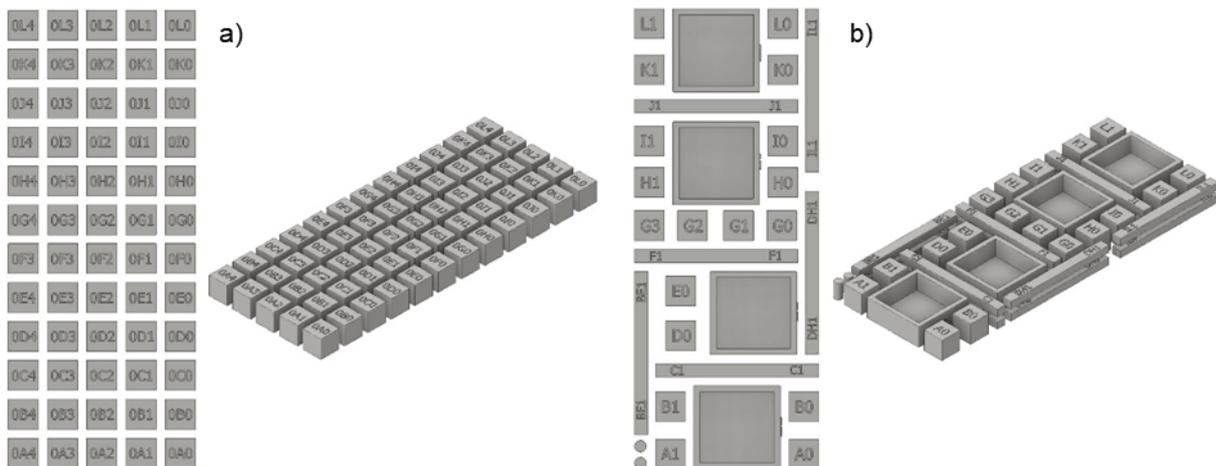


Abbildung 4-2: Drucklayouts der Phasen I und II (a) sowie Phase III (b)

In den einzelnen Phasen der Arbeit werden unterschiedliche Parameter des Druckprozesses variiert. Dabei können alle Binder- und Roller-bezogenen Parameter direkt über die Eingabe der Werte in den Drucker eingestellt werden. Die in den einzelnen Phasen konstant gehaltenen Parameter sind in Tabelle 4-2 aufgeführt. Die Parameter der mit „v“ gekennzeichneten Felder werden in den einzelnen Phasen variiert. Die eingedruckte Bindermenge wird über die *Bindersättigung* eingestellt. Diese wird für alle Druckjobs konstant gehalten und basierend auf einer Pulverpackungsdichte von 60 % kalkuliert.

Die variierten Parameter des teilfaktoriellen Versuchsplans der in Kapitel 5 beschriebenen Phase I sind in Tabelle 4-3 aufgelistet. Der Roller mit einem Durchmesser von 20 mm ist aus Aluminium gefertigt, während der 12 Roller aus Stahl besteht.

Tabelle 4-4 zeigt die Parameter des vollfaktoriellen Versuchsplans für die in Kapitel 6 beschriebene Phase II. In Tabelle 4-5 sind die untersuchten Pulver/Schichtstärken-Kombinationen der in Kapitel 7 beschriebenen Phase III dargestellt.

Tabelle 4-2: Konstante Einstellungen relevanter Parameter in den Phasen

Parameter	Einheit	Phase I	Phase II	Phase III
Bindersättigung	%	65	65	65
Trocknungstemperatur	°C	40	40	40
Roller Umfangsgeschwindigkeit	mm s ⁻¹	v	350	314
Roller Durchmesser	mm	v	v	12
Auftragungsgeschwindigkeit	mm s ⁻¹	v	v	5
Supply-to-Spread Ratio		v	mittel	mittel

Die systemspezifischen Einstellungen des Pulverauftrags müssen kontinuierlich angepasst werden, um die Menge an Pulver vor dem Roller konstant zu halten. Der Pulverauftrag erfolgt bei dem verwendeten Drucker über einen Trichter, an dessen unterem Ausgang sich ein Sieb befindet. Bei Anregung des Siebes über einen Ultraschallgeber wird Pulver ausgeworfen. Der Durchsatz des ausgeworfenen Pulvers wird über die *Ultraschallintensität* eingestellt, welche innerhalb einer Schicht konstant bleibt. Die Menge an Pulver vor dem Roller wird nun über die *Verzögerungszeit* eingestellt, die der Trichter vor dem Pulverbett Pulver auswirft. Nach Ablauf der *Verzögerungszeit* fährt der Trichter mit *Beschichtergeschwindigkeit* über das Pulverbett. Diese wird so eingestellt, dass die über dem Pulverbett ausgebrachte Pulvermenge möglichst der Pulvermenge entspricht, welche für die Schicht benötigt wird. So bleibt die Menge an Pulver vor dem Roller über den Pulverauftrag nahezu konstant. Der Pulverdurchsatz wird jedoch auch von der Fließfähigkeit des Pulvers und dem Füllstand des Pulvers im Trichter beeinflusst, der sich mit zunehmender Druckjobdauer leert. Somit müssen die *Ultraschallintensität* und die *Beschichtergeschwindigkeit* während des Druckjobs angepasst werden. Die Höhe der Menge an Pulver vor dem Roller wird als *Supply-to-Spread Verhältnis* bezeichnet. Es kann ausschließlich qualitativ eingestellt werden.

Nach Fertigstellung des Druckjobs wird der Binder vier Stunden bei 180 °C in einem Ofen ausgehärtet. Nach dem Abkühlen werden die Würfelproben vollständig entpulvert. Die Behälter werden zunächst nur von außen entpulvert. Nach der Gewichtsmessung des gefüllten Behälters wird dieser vollständig entpulvert.

Tabelle 4-3: Variierte Prozessparameter in Phase I mit den zugehörigen Leveln

Faktor	Parameter	Einheit	Level 1	Level 2
A	Schichtstärke	μm	30	70
B	Roller Durchmesser	mm	12	20
C	Umfangsgeschw. des Rollers	mm s^{-1}	175	350
D	Auftragungsgeschwindigkeit	mm s^{-1}	5	20
E	Supply-to-Spread Ratio		niedrig	hoch

Tabelle 4-4: Variierte Prozessparameter in Phase II mit den zugehörigen Leveln

Faktor	Parameter	Einheit	Level 1	Level 2	Level 3	Level 4
A	Schichtstärke	μm	30	50	70	90
B	Roller Durchmesser	mm	12	15	20	
C	Auftragungsgeschwindigkeit	mm s^{-1}	5	20		

Tabelle 4-5: Untersuchte Pulver-Schichtstärke-Kombinationen in Phase III

Pulver Bezeichnung	Faktoren Schichtstärke [μm]			
	2,5	5	7,5	10
5	13	25	38	51
7	18	35	53	70
10	24	48	72	96
13	34	68	101	135
14	34	72	108	144
21	53	106	160	213
25	63	127	191	254
26	63	129	189	252

4.3.3 Entbindern und Sintern

Die Wärmebehandlung der Grünteile umfasst sowohl die möglichst rückstandsfreie, thermische Zersetzung der organischen Binderkomponenten, als auch den direkt anschließenden Sinterprozess im selben Entbinderungs- und Sinterofen (MIM 3001/3002, Elnik Systems, USA). Die Probekörper werden auf Yttriumoxid (Y_2O_3) beschichtete Aluminiumoxidplatten aufgelegt, um ein Anhaften der Probekörper an der Sinterunterlage zu vermeiden. Die Entbinderung erfolgt für alle in dieser Arbeit beschriebenen Sinterzyklen in Wasserstoff-Atmosphäre bei 400 mbar und einer Temperaturführung gemäß Tabelle 4-6.

Tabelle 4-6: Prozessparameter der Entbinderung

Prozessschritt	Heizrate [K min ⁻¹]	Temperatur [°C]	Haltezeit [min]
1	10	180	
2	5	300	30
3	1	450	60

Der darauffolgende Sinterprozess startet mit Abschluss des letzten Prozessschrittes der Entbinderung. Alle Sinterzyklen werden in Wasserstoff-Atmosphäre bei 850 mbar durchgeführt. Die Heiz- und Abkühlrate beträgt jeweils 5 K min⁻¹. Die Parameter der Sinterzyklen in Tabelle 4-7 werden mit dem Ziel ausgewählt, einerseits eine ausreichend hohe Sinterdichte zu erzielen, um mittels Auftriebsmethode nach Archimedischem Prinzip gemessen werden zu können. Andererseits sollen Unterschiede in den Grünteilen auch in den Sinterteilen sichtbar sein. Entsprechende Voruntersuchungen sind an anderer Stelle dokumentiert [68]. Die in Kapitel 5-7 beschriebenen Untersuchungen werden basierend darauf mit Sinterprogramm 1350_90 durchgeführt. Zusätzlich werden Würfel der in Kapitel 7 untersuchten Pulver-Schichtstäke-Kombinationen bei einer weiteren Temperatur gesintert. Die drei feinsten Pulver werden zusätzlich bei 1300 °C gesintert, die drei Größten bei 1380 °C.

Tabelle 4-7: Prozessparameter der Sinterzyklen

Sinterprogramm	Temperatur [°C]	Haltezeit [min]
1300_60	1300	60
1350_90	1350	90
1380_240	1380	240

4.4 Charakterisierung der Probenkörper

4.4.1 Pulverbettichte

Zur Bestimmung der Pulverbettichte werden die Behälter (Abbildung 4-2b) im Grünteilzustand von außen entpulvert und auf einer Feinwaage (Qintix® Präzisionswaage Art.-Nr.: QUINTIX313-1S von Sartorius, Deutschland) gewogen. Anschließend werden die Behälter auch Innen entpulvert und nochmals gewogen. Nach Ermittlung der Innenabmessungen wird die absolute Pulverbettichte nach Gleichung (4-1) errechnet.

$$\rho_{\text{Pulverbett abs.}} = \frac{m_{\text{Behälter gefüllt}} - m_{\text{Behälter entpulvert}}}{l_{0X} \cdot l_{0Y} \cdot l_{0Z}} \quad (4-1)$$

Die relative Pulverbettichte wird aus der absoluten Pulverbettichte und der pyknometrische Dichte des jeweiligen Pulvers nach Gleichung (4-2) errechnet.

$$\rho_{\text{Pulverbett rel.}} = \frac{\rho_{\text{Pulverbett}}}{\rho_{\text{Pyk}}} \quad (4-2)$$

4.4.2 Grünteildichte

Zur Bestimmung der Grünteildichte wird die Würfelproben im Grünteilzustand auf einer Feinwaage (Qintix® Präzisionswaage Art.-Nr.: QUINTIX313-1S von Sartorius, Deutschland) gewogen und anschließend mit einem digitalen Messschieber vermessen. Die absolute Grünteildichte wird gemäß Gleichung (4-3) errechnet. Die relative Grünteildichte wird analog zu Gleichung (4-2) aus der absoluten Grünteildichte und der pyknometrische Dichte des jeweiligen Pulvers errechnet.

$$\rho_{\text{Grünteil abs.}} = \frac{m_{\text{Grünteil}}}{(l_{0X} \cdot l_{0Y} \cdot l_{0Z}) - V_{\text{Schrift}}} \quad (4-3)$$

4.4.3 Sinterdichte

Nach dem Sintern wird die Dichte ρ der Proben mittels Auftriebsmethode nach Archimedis auf einer Präzisionsdichtewaage (Delta Range XS603S, Mettler Toledo, Schweiz) gemessen. Dazu wird die scheinbare Dichte der Proben in Ethanol nach Gleichung (4-4) bestimmt. Falls während der Messung in Ethanol keine Luftblasen aus dem Probenkörper entweichen, wird angenommen, dass der Probenkörper ausschließlich geschlossene Porosität besitzt und die Sinterdichte der scheinbaren Dichte entspricht.

$$\rho_{\text{Sinter abs.}} = \rho_{\text{Fl}} \cdot \frac{m_{\text{Luft}}}{m_{\text{Luft}} - m_{\text{Fl}}} \quad (4-4)$$

Sofern während der Messung in Ethanol Luftblasen aus dem Probenkörper aufsteigen, werden die Messungen nach dem Trocknen und Aufbringen einer dünnen Paraffinschicht auf die Probenkörper wiederholt. Hierfür werden die Poren der Proben mit einer dünnen Paraffinschicht durch kurzes Eintauchen in eine Hexan-Paraffin-Lösung (95 Vol-% Hexan, 5 Vol-% Paraffin) verschlossen. Anschließend wird die ebenfalls Dichte gemäß Gleichung (4-4) bestimmt. Als Medium wird jedoch Wasser anstelle von Ethanol verwendet. Die relative Sinterdichte wird analog zu Gleichung (4-2) aus der absoluten Sinterdichte und der pyknometrische Dichte des jeweiligen Pulvers errechnet.

4.4.4 Schwindung

Zur Ermittlung der Schwindung φ werden die Abmessungen der Würfelproben mit einem digitalen Messschieber sowohl im Grünteilzustand l_0 , als auch Sinterteilzustand l_s vermessen. Die Schwindungen werden für alle Richtungen individuell nach Gleichung (4-5) bestimmt

$$\varphi = \frac{l_0 - l_s}{l_0} \quad (4-5)$$

Um den Beitrag einer Richtung zum Schwindungsverhalten der Würfelproben und damit die Anisotropie der Schwindung $\bar{\varphi}$ zu ermitteln, wird die Schwindung gemäß Gleichung (4-6) normiert.

$$\bar{\varphi} = \frac{\varphi}{1 - \sqrt[3]{(1 - \varphi_x)(1 - \varphi_y)(1 - \varphi_z)}} \quad (4-6)$$

4.4.5 Grün- und Sinterteilstruktur

Die Röntgen-Computertomographie von Grün- und Sinterteilen werden mit einem 3D-Röntgenmikroskop (Xradia 520 Versa, Zeiss, Deutschland) mit zwei Auflösungen durchgeführt. Ein Scan mit Standardauflösung der gesamten Teile mit 6,2 μm Voxelgröße wird mit einer Spannung von 160 KeV, einem Strom von 62,5 μA und einer Belichtungszeit von 14 Sekunden durchgeführt. Für die hochauflösenden Scans mit 1 μm Voxelgröße eines Ausschnitts der Teile werden eine Spannung von 160 KeV, ein Strom von 62,5 μA und eine Belichtungszeit von einer Sekunde verwendet. Für beide Auflösungen werden 3200 Projektionen durchgeführt. Für die anschließenden Analysen der CT-Volumendaten wird die Software VGSTUDIO MAX 3.4 (Volume Graphics, Deutschland) verwendet.

4.4.6 Gefügestruktur und Porosität

Zur bildanalytischen Charakterisierung der Gefügestruktur und der Porosität werden lichtmikroskopische Aufnahmen (DMRX, Leica Microsystems, Deutschland) repräsentativer Proben in verschiedenen Druckebenen angefertigt. Hierfür werden die gesinterten Würfel in Epoxidharz eingebettet. Die Probenoberfläche wird mit einer schrittweisen Abfolge von SiC-Schleifpapieren unterschiedlicher Körnung und anschließendem mechanischem Polieren mit Diamantpaste präpariert.

4.5 Varianzanalyse

Bei einer Varianzanalyse wird die Streuung von Daten auf Einflüsse untersucht. Dabei wird zwischen systematischen Einflüssen, wie im Fall der vorliegenden Arbeit die Prozessparameter beim Pulverauftrag des MBJ, und zufälligen Einflüssen unterschieden. Die Gesamtvarianz besteht aus der Modellvarianz, welche die systematischen Einflussfaktoren beschreibt, und der Fehlervarianz.

Die Varianzen werden über Quadratsummen berechnet. Für die Quadratsumme QS werden die Abweichungen jedes einzelnen Wertes vom Mittelwert quadriert und aufsummiert. Wobei n der Anzahl der Datenpunkte in der Gruppe entspricht, X_i der einzelne Datenpunkt in der Gruppe und \bar{X} der Gesamtdurchschnitt der Daten aller Gruppen ist (Gleichung (4-7)).

$$QS = \sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2 \quad (4-7)$$

Da die Quadratsumme auch abhängig von der Anzahl der Gruppen (oder auch Anzahl der Variationen bei einem Prozessparameter) ist, wird die mittlere Quadratsumme MS errechnet. Hier für wird die Quadratsumme durch die Anzahl der Freiheitsgrade df geteilt (Gleichung(4-8)). Die Anzahl der Freiheitsgrade für eine Gruppe entspricht der Anzahl der Variationen in der Gruppe minus eins. Die mittlere Quadratsumme wird sowohl zwischen den Gruppen (Modellvarianz; MS_{Faktor}), als auch den einzelnen Werten einer Gruppe (Fehlervarianz; MS_{Fehler}) errechnet.

$$MS = \frac{QS}{df} \quad (4-8)$$

Um zu überprüfen, ob die Streuung der Daten auf einen systematischen Einfluss oder den Zufall zurückzuführen ist, wird der Quotient zwischen der Modellvarianz und der Fehlervarianz gebildet und man erhält den F-Wert (Gleichung (4-9)). Dieser ist die Prüfgröße der Varianzanalyse.

$$F = \frac{MS_{Faktor}}{MS_{Fehler}} \quad (4-9)$$

Ist der F-Wert > 1 ist die Modellvarianz F mal größer als der Fehler und die Streuung der Daten auf einen systematischen Einfluss zurückzuführen. Wenn der F-Wert > 1 ist, überwiegt der Zufall oder unsystematische Einflüsse. Der F-Wert wird für alle Gruppen berechnet.

Ab welchem F-Wert der Einfluss einer Gruppe als signifikant bezeichnet werden kann, hängt von der Wahrscheinlichkeit (p-Wert) ab, mit welcher der F-Wert auftritt. Mit Hilfe einer Statis-

tischen Tabelle oder Software kann aus dem F-Wert, den Freiheitsgraden und dem gewünschten Signifikanzniveau der p-Wert errechnet werden.

Darüber hinaus kann die Effektgröße EG bestimmt werden, welche die Höhe der Unterschiede zwischen den Gruppen angibt. Sie errechnet sich aus der Division der Quadratsumme der einzelnen Faktoren durch die Gesamtquadratsumme QS_{Gesamt} (Gleichung(4-8)).

$$EG = \frac{QS_{Faktor}}{QS_{Gesamt}} \quad (4-10)$$

5 Phase I: Screening der Einflussfaktoren

5.1 Einleitung Phase I

Zur Bestimmung des grundlegenden Einflussfaktoren auf den Pulverauftrag wird in Phase I in einem Parameterscreening über statistische Versuchsplanung die Prozessparameter Schichtstärke, Rollerdurchmesser, Auftragsgeschwindigkeit, Rollerumdrehungsgeschwindigkeit und Supply-to-Spread Ratio untersucht. Sowohl die Haupteffekte der Auftragsparameter als auch mögliche Wechselwirkungen werden hinsichtlich Grünteil- und Sinterdichte untersucht. Das Screening wird mit einem Pulver in unterschiedlichen Konditionierungszuständen (getrocknet und unkonditioniert) durchgeführt.

Die Experimente des Screenings sind nach den Grundsätzen der statistischen Versuchsplanung konzipiert. Die Experimente werden in der Regel durchgeführt, um zu untersuchen, welcher Faktor einen wesentlichen Einfluss auf die Ergebnisse hat und auf welcher Stufe der Faktor gewählt werden sollte, um die gewünschten Ergebnisse zu erzielen. Es gibt verschiedene Methoden zur Versuchsplanung. Eine der typischen Methoden der statistischen Versuchsplanung ist die vollfaktorielle Versuchsplanung, bei der alle Kombinationen verschiedener Faktoren und Stufen durchgeführt werden. Sie hat die höchste Genauigkeit und erfordert eine große Anzahl von Versuchsdurchläufen. Eine weitere Methode ist die Taguchi-Methode, bei der gesättigte orthogonale Arrays verwendet werden, um die Anzahl der Experimente und damit die Kosten und den Zeitaufwand erheblich zu reduzieren [142]. Aufgrund der geringen Auflösung können jedoch nur Vorhersagen über die Haupteffekte gemacht werden. Diese Methode wurde bereits früher für MBJ-Untersuchungen verwendet [43, 117, 143–145].

Um einen vollfaktoriellen Versuchsplan zu vermeiden und dennoch Wechselwirkungen aufzeigen zu können, wurde für diese Studie eine Varianzanalyse mit minimaler Versuchszahl plus 2 Versuche, Auflösung IV screening Design gewählt. Der Aufbau einer Varianzanalyse und die Begriffserklärung sind in Kapitel 4.5 näher erläutert. Mit 12 Experimenten liegt dieser Versuchsplan hinsichtlich der Anzahl der Versuche zwischen den beiden anderen Versuchsplänen. Der Versuchsplan ermöglicht sowohl die Bestimmung der Hauptfaktoren als auch die Schätzung einiger Wechselwirkungen. Da die Zwei-Faktoren-Wechselwirkungen mit anderen Zwei-Faktoren-Wechselwirkungen und höheren Wechselwirkungen überlagert werden können, werden die Zwei-Faktoren-Wechselwirkungen mit dem höchsten Beitrag ausgewählt.

Die Parameter (Tabelle 4-3) werden in zwei Stufen variiert, was zu 12 Druckdurchläufen je Konditionierungszustand führt (Tabelle 5-1). Zunächst werden alle Durchläufe mit dem unbehandelten Pulver durchgeführt, gefolgt von solchen mit dem getrockneten Pulver. An-

schließlich werden die Ergebnisse auf der Grundlage der Taguchi-Methodik in das signal-to-noise (S/N) Verhältnis umgerechnet, das den Pegel eines gewünschten Signals mit dem Pegel des Hintergrundrauschens vergleicht. Das S/N-Verhältnis wird für die Durchschnittswerte der Grün- und Sinterdichte, der 60 in einem Durchgang gedruckten Würfel nach Gleichung (5-1) "größer-ist-besser" berechnet [142]. Die Varianzanalyse wird mit der Software Design-Expert V11 von Stat-Ease, Inc. durchgeführt, um die Signifikanz der Parameter zu analysieren. Tiefgehendere Informationen zur Taguchi-Methode und deren Auswertung sind in folgender Quelle zu finden [142].

$$\frac{S}{N} = -10 \times \log_{10} \left(\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \left(\frac{1}{Y_i^2} \right) \right) \quad (5-1)$$

Tabelle 5-1: Prozessparameter der Druckdurchgänge in Phase I

Durchgang	Schichtstärke [µm]	Roller Durchmesser [mm]	Umfangsgeschwindigkeit des Rollers [mm s ⁻¹]	Auftragungsgeschwindigkeit [mm s ⁻¹]	Supply-to-Spread Ratio
1	30	12	350	20	niedrig
2	30	20	175	20	niedrig
3	70	12	350	5	hoch
4	30	12	175	20	hoch
5	70	20	175	5	hoch
6	70	20	350	5	niedrig
7	70	12	175	5	niedrig
8	70	20	175	20	hoch
9	30	12	350	5	niedrig
10	30	20	350	20	hoch
11	70	12	350	20	niedrig
12	30	20	175	5	hoch

5.2 Ergebnisse Phase I

5.2.1 Pulver

Das verwendete Pulver besitzt eine nominale Partikelgröße von 90 % -22 µm. In Tabelle 5-2 sind die Pulvereigenschaften der beiden Konditionierungszustände dargestellt. Bei den Partikelgrößen weist das getrocknete Pulver geringfügig höhere Werte auf. Die Schüttdichte der Pulver ist gleich, während die Klopfdichte des unkonditionierten Pulver etwas höher ausfällt. Daraus resultierend ergibt sich ein höheres Hausner Ratio für das unkonditionierte Pulver.

Tabelle 5-2: Pulvereigenschaften der beiden Konditionierungszustände

Pulver	Partikelgröße D ₁₀ [µm]	Partikelgröße D ₅₀ [µm]	Partikelgröße D ₉₀ [µm]	Schüttdichte [g cm ⁻³]	Klopfdichte [g cm ⁻³]	Hausner Ratio
unkonditioniert	5,1	11,1	20,1	2,74	4,33	1,58
getrocknet	6,1	11,3	20,5	2,74	4,03	1,47

5.2.2 Grünteile

Für die Varianzanalyse wird das S/N-Verhältnis für die Grünteildichte berechnet. Die experimentellen Daten sind in Tabelle A-1 im Anhang aufgeführt. Aus Abbildung 5-1 ist ersichtlich, dass die Prozessparameter bei beiden Konditionierungszustände im Wesentlichen den gleichen Einfluss auf die Grünteildichte haben. Level 1 zeigt höhere S/N-Verhältnisse für die Parameter A, C & E (Schichtstärke 30 µm, Umfangsgeschwindigkeit des Rollers 175 mm s⁻¹ und ein hohes Supply-to-Spread Ratio), Level 2 für Parameter B (Rollerdurchmesser 20 mm). Bei der Rollerauftragungsgeschwindigkeit erreichen das unkonditionierte Pulver (Stufe 1; 5 mm s⁻¹) und das getrocknete Pulver (Stufe 2; 20 mm s⁻¹) bei unterschiedlichen Niveaus das höhere S/N-Verhältnis. Die Grünteildichte des getrockneten Pulvers fällt höher aus (53,6 % zu 52,6 %). Weiterhin sind ausschließlich S/N-Verhältnisse dargestellt, da es sich um eine teilfaktoriellen Versuchsplan handelt.

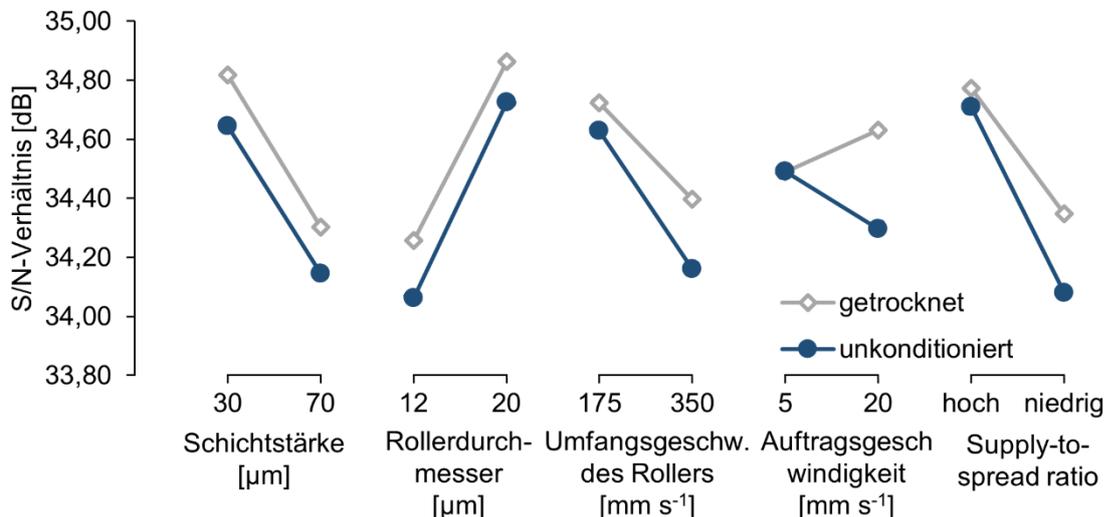


Abbildung 5-1: Einfluss von Konditionierungszustand und Auftragsparametern auf das S/N-Verhältnis der Grünteildichte

Die Varianzanalyse wird auf der Grundlage der S/N-Verhältnisse durchgeführt, um die Signifikanz der Auswirkungen der verschiedenen Faktoren auf die Grünteildichte für getrocknetes und unkonditioniertes Pulver zu analysieren. Die Ergebnisse sind in Tabelle 5-3 und Tabelle 5-4 dargestellt. Um die Signifikanz des Modells zu erhöhen, werden nur diejenigen Faktoren

und Wechselwirkungen als Modellterme berücksichtigt, die auf der Grundlage eines p-Werts $<0,1$ statistisch signifikant sind. Im Falle signifikanter Wechselwirkungen werden die einzelnen Faktoren ebenfalls hinzugefügt, um die Hierarchie aufrechtzuerhalten. Die nicht berücksichtigten Faktoren und Wechselwirkungen werden in Rest & Fehler mit einbezogen. Tabelle 5-3 zeigt, dass die Faktoren A (Schichtstärke) und B (Rollerdurchmesser) sowie deren Wechselwirkung (AB) den signifikantesten Einfluss auf die Grünteildichte für getrocknetes Pulver haben. Für das unkonditionierte Pulver (Tabelle 5-4) haben der Faktor B (Rollerdurchmesser) und die Wechselwirkung AB den signifikantesten Einfluss auf die Grünteildichte. Obwohl der Einfluss der Schichtstärke in beiden Fällen nahezu gleich groß ist, wird er für das unkonditionierte Pulver statistisch als nicht signifikant angesehen. Insgesamt besitzt das Modell für das getrocknete Pulver einen niedrigeren p-Wert und damit eine höhere statistische Signifikanz.

Tabelle 5-3: Varianzanalyse auf Grundlage des S/N-Verhältnisses der Grünteildichte für getrocknetes Pulver

Quelle	df	Quadratsumme	mittlere Quadratsumme	F-Wert	p-Wert	Effektgröße
Modell	7	4,4310	0,6330	20,17	0,0057*	
A-Schichtstärke	1	0,7412	0,7412	23,62	0,0083*	22,38
B-Roller Durchmesser	1	0,7204	0,7204	22,95	0,0087*	21,75
D-Auftragungsgeschw.	1	0,0028	0,0028	0,09	0,7784	0,09
E-Supply-to-Spread	1	0,1717	0,1717	5,47	0,0795*	5,18
AB	1	0,8427	0,8427	26,85	0,0066*	25,45
AD	1	0,1954	0,1954	6,23	0,0671*	5,90
BD	1	0,6059	0,6059	19,31	0,0117*	18,30
Rest & Fehler	4	0,1255	0,0314			0,95
Gesamt	11	4,5565				100

Hinweis: *p-Werte unter 0,100 zeigen an, dass das Modell/die Modellterme signifikant sind.

Tabelle 5-4: Varianzanalyse auf Grundlage des S/N-Verhältnisses der Grünteildichte für unkonditioniertes Pulver

Quelle	df	Quadratsumme	mittlere Quadratsumme	F-Wert	p-Wert	Effektgröße
Modell	3	3,3649	1,1216	4,80	0,0338*	
A-Schichtstärke	1	0,7472	0,7472	3,20	0,1115	20,77
B-Roller Durchmesser	1	1,3235	1,3235	5,67	0,0445*	36,79
AB	1	1,2942	1,2942	5,54	0,0464*	35,95
Rest & Fehler	8	1,8688	0,2336			6,49
Gesamt	11	5,2337				100

Hinweis: *p-Werte unter 0,100 zeigen an, dass das Modell/die Modellterme signifikant sind.

5.2.3 Sinterteile

Für die Varianzanalyse wird das S/N-Verhältnis für die Sinterdichte analog zur Grünteildichte berechnet. Die experimentellen Daten sind in Tabelle A-1 im Anhang aufgeführt. Abbildung 5-2 zeigt, dass die Prozessparameter bei beiden Konditionierungszustände grundsätzlich den gleichen Einfluss auf die Sinterdichte haben. Level 1 zeigt höhere S/N-Verhältnisse für die Parameter A, C & E (Schichtstärke 30 μm , Umfangsgeschwindigkeit des Rollers 175 mm s^{-1} und ein hohes Supply-to-Spread Ratio), Level 2 für Parameter B (Rollerdurchmesser 20 mm). Bei der Rollerauftragsgeschwindigkeit wird das höhere S/N-Verhältnis bei unterschiedlichen Niveaus für das unkonditionierte Pulver (Stufe 1; 5 mm s^{-1}) und das getrocknete Pulver (Stufe 2; 20 mm s^{-1}) erreicht. Bei der Höhe der Sinterdichte ist keinen Unterschied zwischen den beiden Konditionierungszuständen (96,8 %) festzustellen.

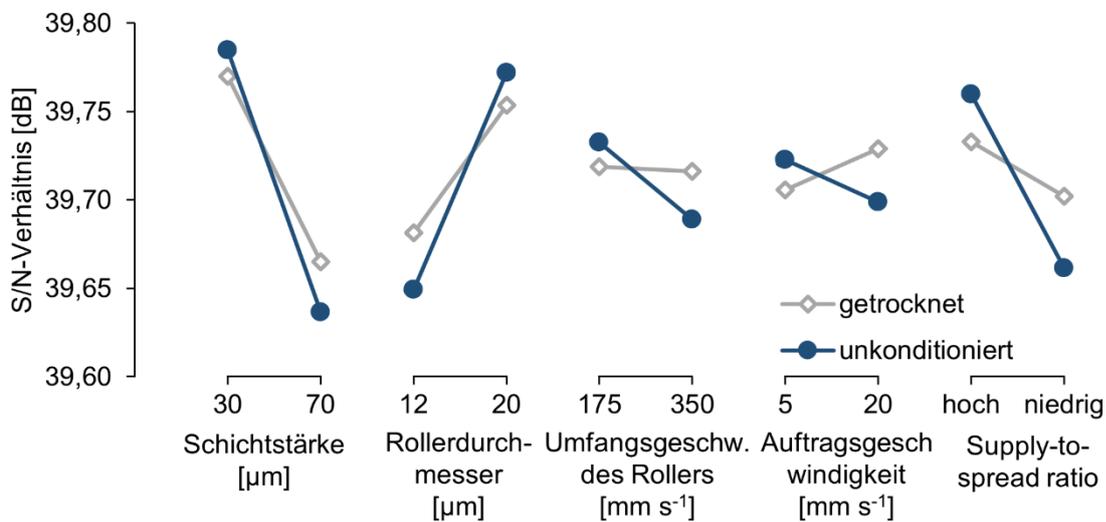


Abbildung 5-2: Einfluss von Konditionierungszustand und Auftragsparametern auf das S/N-Verhältnis der Sinterdichte

Die Varianzanalyse wird auf der Grundlage der S/N-Verhältnisse durchgeführt, um die Signifikanz der Auswirkungen der verschiedenen Faktoren auf die Sinterdichte für getrocknetes und unkonditioniertes Pulver zu analysieren. Die Ergebnisse sind in Tabelle 5-5 und Tabelle 5-6 dargestellt. Die Berücksichtigung der Faktoren und Wechselwirkungen erfolgt analog zur Grünteildichte. Der signifikanteste Effekt auf die Sinterdichte für getrocknetes Pulver (Tabelle 5-5) ist die Interaktion AB (Schichtstärke und Rollerdurchmesser), gefolgt von Faktor A (Schichtstärke). Für unkonditioniertes Pulver (Tabelle 5-6) ist der signifikanteste Effekt der Faktor A (Schichtstärke), gefolgt von der Interaktion AB. Das Modell weist für getrocknetes Pulver einen niedrigeren p-Wert und eine höhere statistische Signifikanz auf.

Tabelle 5-5: Varianzanalyse auf Grundlage des S/N-Verhältnisses der Sinterdichte für getrocknetes Pulver

Quelle	df	Quadratsumme	mittlere Quadratsumme	F-Wert	p-Wert	Effektgröße
Modell	5	0,1067	0,0213	16,03	0,0020*	
A-Schichtstärke	1	0,0331	0,0331	24,90	0,0025*	31,47
B-Roller Durchmesser	1	0,0130	0,0130	9,78	0,0204*	12,36
E-Supply-to-Spread	1	0,0001	0,0001	0,11	0,7486	0,14
AB	1	0,0449	0,0449	33,78	0,0011*	42,69
BE	1	0,0127	0,0127	9,56	0,0213*	12,08
Rest & Fehler	6	0,0080	0,0013			1,26
Gesamt	11	0,1146				100

Hinweis: *p-Werte unter 0,100 zeigen an, dass das Modell/die Modellterme signifikant sind.

Tabelle 5-6: Varianzanalyse auf Grundlage des S/N-Verhältnisses der Sinterdichte für unkonditioniertes Pulver

Quelle	df	Quadratsumme	mittlere Quadratsumme	F-Wert	p-Wert	Effektgröße
Model	6	0,2757	0,046	7,80	0,0198*	
A-Schichtstärke	1	0,0821	0,0821	13,93	0,0135*	34,77
B-Roller Durchmesser	1	0,0274	0,0274	4,65	0,0836*	11,61
D-Auftragsgeschw.	1	0,0181	0,0181	3,07	0,1401	7,66
E-Supply-to-Spread	1	0,0111	0,0111	1,89	0,2275	4,72
AB	1	0,0604	0,0604	10,25	0,0240*	25,59
DE	1	0,0311	0,0311	5,27	0,0701*	13,16
Rest & Fehler	5	0,0295	0,0059			2,50
Gesamt	11	0,3052				100

Hinweis: *p-Werte unter 0,100 zeigen an, dass das Modell/die Modellterme signifikant sind.

5.3 Diskussion Phase I

5.3.1 Pulver

Die Ergebnisse zeigen, dass die Trocknung des Pulvers den statistischen Einfluss der Auftragsparameter auf die Grünteil- und Sinterdichte erhöht. Dies wird durch die deutlich niedrigeren p-Werte der Modelle und Faktoren der Varianzanalyse für getrocknetes Pulver angezeigt. Bei trockenen Pulvermaterialien resultiert der Zusammenhalt zwischen den Partikeln aus den Adhäsionskräften, die hauptsächlich aus Van-der-Waals- und elektrostatischen Kräften bestehen [56]. Durch Feuchtigkeit werden in der Kontaktzone zwischen den Partikeln auch Flüssigkeitsbrücken erzeugt, die aufgrund ihrer Oberflächenspannung zu Kapillarkräften

ten und einer erhöhten Kohäsion des Pulvers [70] und damit zu einer geringeren Fließfähigkeit führen.

Dies konnte auch bei der Pulveranalyse beobachtet werden, da ein niedrigeres Hausner-Ratio als Hinweis auf eine gute Fließfähigkeit gilt. Allerdings resultiert das niedrigere Hausner-Ratio nicht aus einer höheren Schüttdichte des getrockneten Pulvers, was zu erwarten gewesen wäre, sondern aus seiner geringeren Klopfdichte. Dies kann gegebenenfalls auf die geringen Unterschiede in der Partikelgrößenverteilung zurückzuführen sein, da der geringere Feinanteil beim getrockneten Pulver zu einer schmalen Verteilungsbreite führt, welche niedrigere Packungsdichten nach sich ziehen kann. Der geringere Feinanteil des getrockneten Pulvers kann darauf zurückzuführen sein, dass die Versuche mit dem getrockneten Pulver nach den Versuchen mit dem unkonditionierten Pulver durchgeführt wurden. Beim Handling des Pulvers entlang der Prozesskette wie beispielsweise dem Entpulvern könnten feinere und leichter schwebende Teilchen in einem größeren Maße abgesaugt worden sein. Insgesamt lässt sich feststellen, dass die Pulvertrocknung zu einer Verringerung der Adhäsionskräfte zwischen den Partikeln und zu einer Verbesserung der Fließfähigkeit führt. Dadurch erhöht sich der Einfluss der von außen einwirkenden Kräfte der Auftragsparameter.

5.3.2 Prozessparameter

5.3.2.1 Schichtstärke

Mit geringeren Schichtstärken werden höhere Grünteil- und Sinterdichten erreicht. Dies werden auch in einer Reihe von Veröffentlichungen [4, 68, 91, 93] beobachtet und ist auf die Erhöhung der Verdichtungskraft pro Partikel zurückzuführen [88, 105]. Die Ergebnisse stimmen mit den Erkenntnissen aus der Literatur überein.

5.3.2.2 Rollerdurchmesser

Die höheren Grünteil- und Sinterdichten für den größeren Rollerdurchmesser können mit der erhöhten Kraft zusammenhängen, die auf die Partikel ausgeübt wird. Diese ist in Modellen [104, 105] berechnet und von Budding und Vaneker [91] für Gips ebenfalls beobachtet worden. Die erzielten Ergebnisse bestätigen im Allgemeinen diese Studie und die Modelle, sowie ihre Übertragbarkeit auf Metallpulver. Allerdings können auch die unterschiedlichen Materialien und Oberflächen der verwendeten Roller einen Einfluss haben, z. B. in Bezug auf den Reibungskoeffizienten und die elektrostatischen Kräfte. Hierzu sind bisher keine Untersuchungen veröffentlicht worden.

5.3.2.3 Auftragsgeschwindigkeit

Die Erhöhung der Auftragsgeschwindigkeit führt zu niedrigeren Grünteil- und Sinterdichten für das unkonditionierte Pulver und zu höheren Werten für das getrocknete Pulver. Laut Modellen führt eine Erhöhung der Auftragsgeschwindigkeit zu einer Abnahme der Pulverbett-dichte [90] oder hat keinen Einfluss auf die Pulverbett-dichte [105]. Untersuchungen zeigen, dass eine Erhöhung der Auftragsgeschwindigkeit zu einer leichten Verschlechterung aller Eigenschaften der geprüften Proben führt [117, 119]. Somit stimmen die Ergebnisse mit der Literatur für das unkonditionierte Pulver überein. Die unterschiedlichen Auswirkungen könnten damit erklärt werden, dass das unkonditionierte Pulver durch seine geringere Fließfähigkeit mehr Zeit benötigt, um sich dichter zu packen, während beim gut fließenden, getrockneten Pulver die höhere induzierte Kraft der höheren Auftragsgeschwindigkeit zu einer höheren Packungsdichte führt.

5.3.2.4 Rollerumdrehungsgeschwindigkeit

Während eine niedrigere Rollerumdrehungsgeschwindigkeit zu einer höheren Grünteildichte führt, ist der Einfluss auf die Sinterdichte nur gering und für beide Konditionierungszustände in der Varianzanalyse statistisch nicht signifikant. Die Unterschiede in den S/N-Ratios der Grünteildichte lassen sich auf das teilfaktorielle statistische Design zurückführen, da Stufe 1 (175 mm s^{-1}) in 4 Experimenten mit dem 20 mm-Roller untersucht wird, während Stufe 2 (350 mm s^{-1}) nur 2 Experimenten mit diesem Roller durchläuft. Der geringere Einfluss der Rollerumdrehungsgeschwindigkeit auf die Sinterdichte hängt mit dem geringeren Einfluss des Rollendurchmessers auf die Sinterdichte im Vergleich zur Grünteildichte zusammen.

Laut bisherigen Untersuchungen hat die Roller-drehzahl im Allgemeinen keinen nennenswerten Einfluss [43, 116], es sei denn, sie sinkt unter eine kritische Drehzahl und wirkt wie ein Raker [87, 91, 93]. Dies ist auf die Dynamik des Pulvers vor dem Roller zurückzuführen [88]. Diese Untersuchungen bestätigen den in der Literatur beobachteten vernachlässigbaren Einfluss der Roller-drehzahl.

5.3.2.5 Supply-to-Spread-Ratio

Ein höheres Supply-to-Spread Ratio führt bei beiden Konditionierungszuständen zu einer höheren Grünteil- und Sinterdichte. In Studien hat der Einfluss des Supply-to-Spread Ratio noch keine konsistenten Ergebnisse gezeigt. Während Azurmendi et al. [43] von einer Erhöhung der Sinterdichte unterhalb des statistischen Fehlers berichteten, beobachteten Shrestha et al. [117] eine signifikante Verbesserung der Pulver-Binder-Interaktion und Verdichtung.

Was die spezifische Untersuchung des Supply-to-Spread Ratio bei einer großen Anzahl von Untersuchungen schwierig macht, ist die Tatsache, dass seine genaue Einstellung komplex ist. Bei der Pulverzuführung mittels Trichter wird das Pulver von oben auf das Pulverbett gestreut, so dass die Pulverwelle vor dem Roller innerhalb jeder Schicht konstant gehalten werden kann. Da sich die Fließfähigkeit des Pulvers durch einen abnehmenden Füllstand während des Prozesses ändert, variiert die ausgestoßene Pulvermenge. Hierdurch verändert sich das Supply-to-Spread Ratio bei unveränderten Parametern während eines Druckprozesses leicht. Zudem lässt sich das Supply-to-Spread Ratio mittels Trichter nur qualitativ steuern. Bei Systemen, die das Pulver mittels Vorratszylinder zuführen, ist das Verhältnis einfacher einzustellen, da es durch Verfahren der Achsen eingestellt werden kann. Jedoch nimmt die Pulverwelle vor dem Roller beim Auftragen des Pulvers stetig ab. Erfolgt der Pulverauftrag nur von einer Seite, so ergibt sich innerhalb einer Schicht permanent ein unterschiedliches Supply-to-Spread-Ratio, das aber durch den Prozess konstant gehalten werden kann. Ein beidseitiger Pulverauftrag über Vorratszylinder könnte vorteilhaft sein, um die Auswirkung des Supply-to-Spread-Ratios auch bei einer großen Anzahl von Untersuchungen zuverlässig zu ermitteln.

5.3.3 Beziehung zwischen Grünteil- und Sinterdichte

Die Parameterkombinationen, mit denen eine hohe Grünteildichte erreicht wird, führt auch zu einer hohen Sinterdichte. Dies kann auf eine höhere Anzahl von Partikel-Partikel-Kontakten zurückzuführen sein, die den Verdichtungsprozess fördern. Ähnliche Zusammenhänge wurden auch beim Pulverspritzguss beobachtet [35]. Im Gegensatz zum Pulverspritzguss muss beim MBJ jedoch berücksichtigt werden, dass die Partikelpackung aufgrund des schichtweisen Auftrags des Pulvers möglicherweise nicht homogen ist. Die Korrelation zwischen der Grünteil- und der Sinterdichte ist daher gegebenenfalls nicht ganz so eindeutig. Darüber hinaus haben neuere Studien gezeigt, dass die Wechselwirkungen zwischen Pulver und Binder einen Einfluss auf die Partikelstruktur in Grünteilen haben [121] und die Grünteil- und Sinterdichte beeinflussen ebenfalls kann.

5.4 Fazit Phase I

In Phase I wurde der Einfluss der Auftragsparameter auf die Grünteil- und Sinterdichte beim MBJ mit $-22\ \mu\text{m}$ 316L Edelpulver im unkonditionierten und im getrockneten Zustand untersucht. Die Ergebnisse zeigen, dass die Trocknung des Pulvers den statistischen Einfluss der Auftragsparameter aufgrund der verringerten Pulverkohäsion und verbesserten Fließfähigkeit des Pulvers erhöht.

Den Ergebnissen der Varianzanalyse zufolge haben die Schichtstärke und der Rollerdurchmesser den größten Einfluss auf die Grünteil- und Sinterdichte. Geringere Schichtstärken und größere Rollendurchmesser erhöhen beide Dichten aufgrund einer erhöhten Kraft pro Partikel.

Darüber hinaus wurde festgestellt, dass die Parameterkombinationen, mit denen eine hohe Gründichte erreicht wurde, auch eine hohe Sinterdichte ergaben. Dieses Ergebnis ist allgemein aus anderen Sinterverfahren bekannt und kann auf eine erhöhte Anzahl von Kontaktpunkten zwischen den Partikeln bei höherer Grünteildichte zurückgeführt werden. Es bleibt jedoch zu klären, ob nur dieser Effekt das Verhältnis zwischen Grünteil- und Sinterdichte beim MBJ bestimmt oder ob auch andere Effekte der Prozessparameter die Homogenität der Grünteile und damit auch diese Beziehung beeinflussen.

6 Phase II: Charakterisierung der Einflussfaktoren

6.1 Einleitung Phase II

In dieser Phase soll der Einfluss der Auftragsparameter auf die Grün- und Sinterteilstruktur näher betrachtet und der Zusammenhang zwischen der Grünteil- und Sinterdichte tiefgehend untersucht werden. Neben der Dichte der Pulverpackung wirkt sich auch deren Struktur auf die Verdichtung aus. Über die Charakterisierungsmethoden der Phase I hinaus wird in dieser Phase die Mikrostruktur ausgewählter Grün- und Sinterteile analysiert.

Um die Struktur der Teile zerstörungsfrei zu untersuchen, ist die Röntgen-Computertomographie eine geeignete Methode. Sie wurde bereits erfolgreich bei der Charakterisierung von Pulvern [146] und MBJ Teilen [41, 147–149] eingesetzt. Zhu *et al.* [148] analysierten die Porenmorphologie bei bimodalem Kupferpulver der mittleren Größen von 5 und 30 μm und einer Schichtstärke von 70 μm mittels Röntgen-CT mit einer Voxelgröße von 3,7 μm . Es wurden Poren mit einem Volumen vorwiegend von 10^3 bis $10^6 \mu\text{m}^3$ nachgewiesen, was einem äquivalenten Kugeldurchmesser von 12,4 bis 124 μm entspricht. Wheat *et al.* [41] verwendeten eine ähnliche Auflösung mit einer Voxelgröße von 3,8 μm und identifizierten Porengrößen zwischen 10 und 120 μm für ein 10 – 150 μm großes Reintitanpulver, das mit einer Schichtstärke von 150 μm gedruckt wurde. Es wurde festgestellt, dass die Methode aufschlussreiche Informationen über die Sinterstruktur liefert, jedoch Einschränkungen bei der Messung von Sinterhälsen unter 50 μm bzw. Poren unter 10 μm aufweist. Tancogne-Dejean *et al.* [149] entdeckten mit einer Voxelgröße von 2,8 μm Poren ab einem Durchmesser von 7 μm in MBJ Teilen aus 316L. Hieraus kann geschlossen werden, dass die zu detektierenden Partikel und Poren daher deutlich größer sein sollen als die Voxelgröße des Röntgen-CTs.

In Phase II werden die Parameter Schichtstärke (4 Level) und Auftragsgeschwindigkeit (2 Level) in verschiedenen Leveln variiert (

Tabelle 4-4) und in einem vollfaktoriellen Versuchsplan mit 8 Durchgängen untersucht. Hierbei wird ausschließlich Pulver im getrockneten Zustand verwendet. Für alle Proben werden die Grünteil- und Sinterdichte, sowie die Schwindung und deren Anisotropie untersucht. Mittels Röntgen-Computertomographie wird die Struktur der Grün- und Sinterteile für 2 Parametersätze (1. Schichtstärke: 90 μm , Auftragsgeschwindigkeit: 5 mm s^{-1} & 2. Schichtstärke: 30 μm , Auftragsgeschwindigkeit: 5 mm s^{-1}) untersucht.

6.2 Ergebnisse Phase II

6.2.1 Pulver

Das verwendete Pulver besitzt eine nominale Partikelgröße von 90 % -22 μm . Die Partikelgrößenverteilung ist eine typische Log-Normalverteilung mit einer mittleren Partikelgröße D_{50} von 11,3 μm (D_{10} : 5,2 μm ; D_{90} : 20,2 μm). Die Schüttdichte des Pulvers beträgt 3,0 g cm^{-3} und die Klopfdichte 4,36 g cm^{-3} . Das Hausner-Verhältnis liegt bei 1,45.

6.2.2 Grünteile

Abbildung 6-1 veranschaulicht die Auswirkungen der Druckparameter auf die Grünteildichte. Die Ergebnisse sind als Boxplots dargestellt und zeigen, dass die Grünteildichte mit zunehmender Schichtstärke für beide Auftragsgeschwindigkeiten abnimmt. Darüber hinaus ist die Grünteildichte bei niedrigeren Auftragsgeschwindigkeiten über alle Schichtstärken hinweg geringfügig höher.

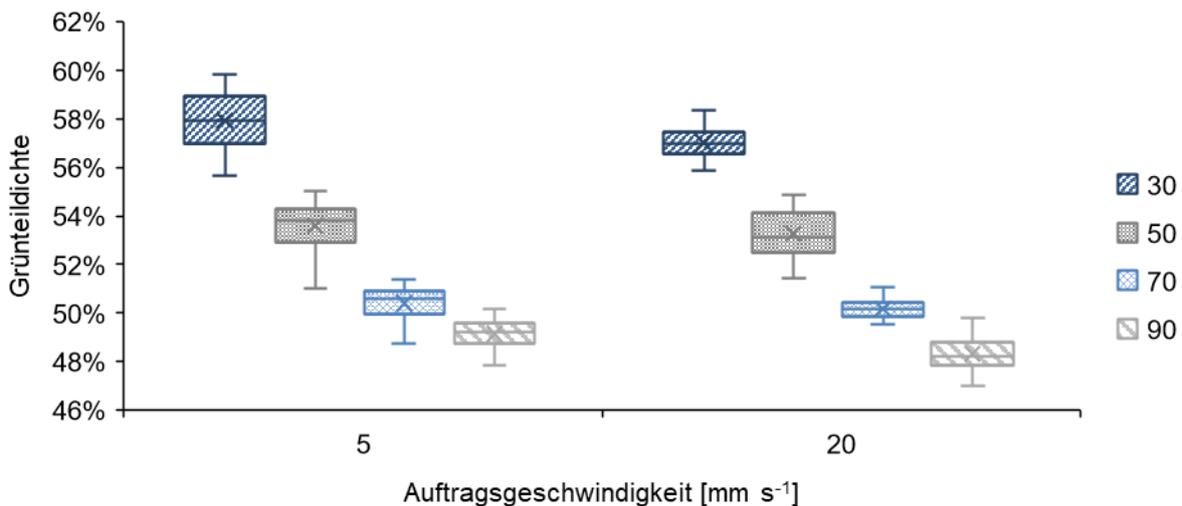


Abbildung 6-1: Effekt der Prozessparameter auf die Grünteildichte für Schichtstärken von 30 – 90 μm

Abbildung 6-2 zeigt die niedrig aufgelösten Röntgen-CT-Aufnahmen. Entlang der Druckkopf-richtung ist eine linienartige Porosität zu sehen. Die Linien bedecken das gesamte Teil und haben einen Abstand von ca. 250 μm

In Abbildung 6-3 sind hochauflösende Röntgen-CT-Aufnahmen von Grünteilen dargestellt, die mit einer Auftragsgeschwindigkeit von 5 mm s^{-1} gedruckt wurden. Sie zeigen, dass die Partikel bei 30 μm (a, c) Schichtstärke dichter gepackt sind als bei 90 μm Schichtstärke (b, d). Darüber hinaus zeigen die, um eine halbe Schichtstärke versetzten Bilder Unterschiede in der Partikelgröße und -anordnung innerhalb einer Schicht. In der 30 μm Schicht sind die Partikel in der dichter gepackten Region (a) gleichmäßiger gepackt und kleiner als in der Region

mit geringerer Dichte (c). Hier erscheint die Packung inhomogener und es sind auch größere Partikel sichtbar. In der 90 μm Schicht erscheint der dichter gepackte Bereich (b) ähnlich gleichmäßig wie in der 30 μm Schicht, aber insgesamt vergleichsweise weniger dicht gepackt. Im Bereich der geringeren Dichte (d) ist eine starke Inhomogenität mit größeren Partikeln zu beobachten. Zusätzlich zu einigen schwarzen Bereichen sind 3 Linien sichtbar (graue Pfeile). Die hochauflösenden Röntgen-CT-Scans sind ebenfalls in (Abbildung 6-3e) quantifiziert. Die Grünteildichte unterliegt wiederkehrenden Schwankungen im Intervall der Schichtstärke. Die Grünteildichte der 30 μm Schichtstärke ist höher als die der 90 μm Schichtstärke.

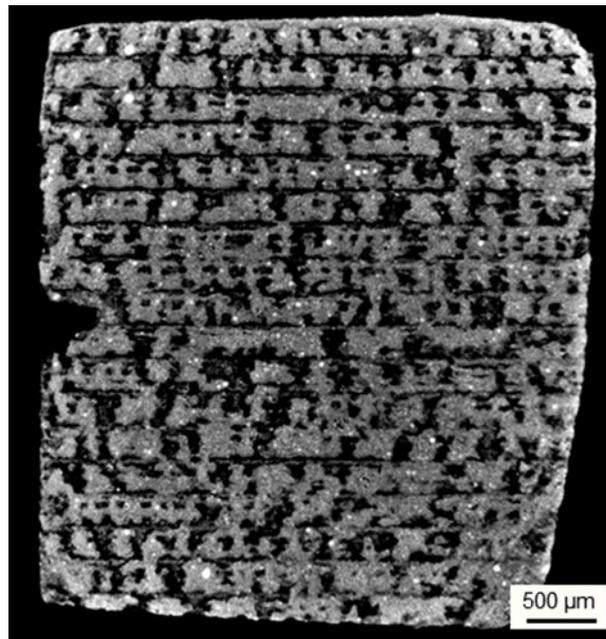


Abbildung 6-2: Niedrigauflösender Röntgen-CT-Scan von linienartigen Hohlräumen in der Bewegungsrichtung des Druckkopfes bei 90 μm Schichtstärke (XY-Ebene)

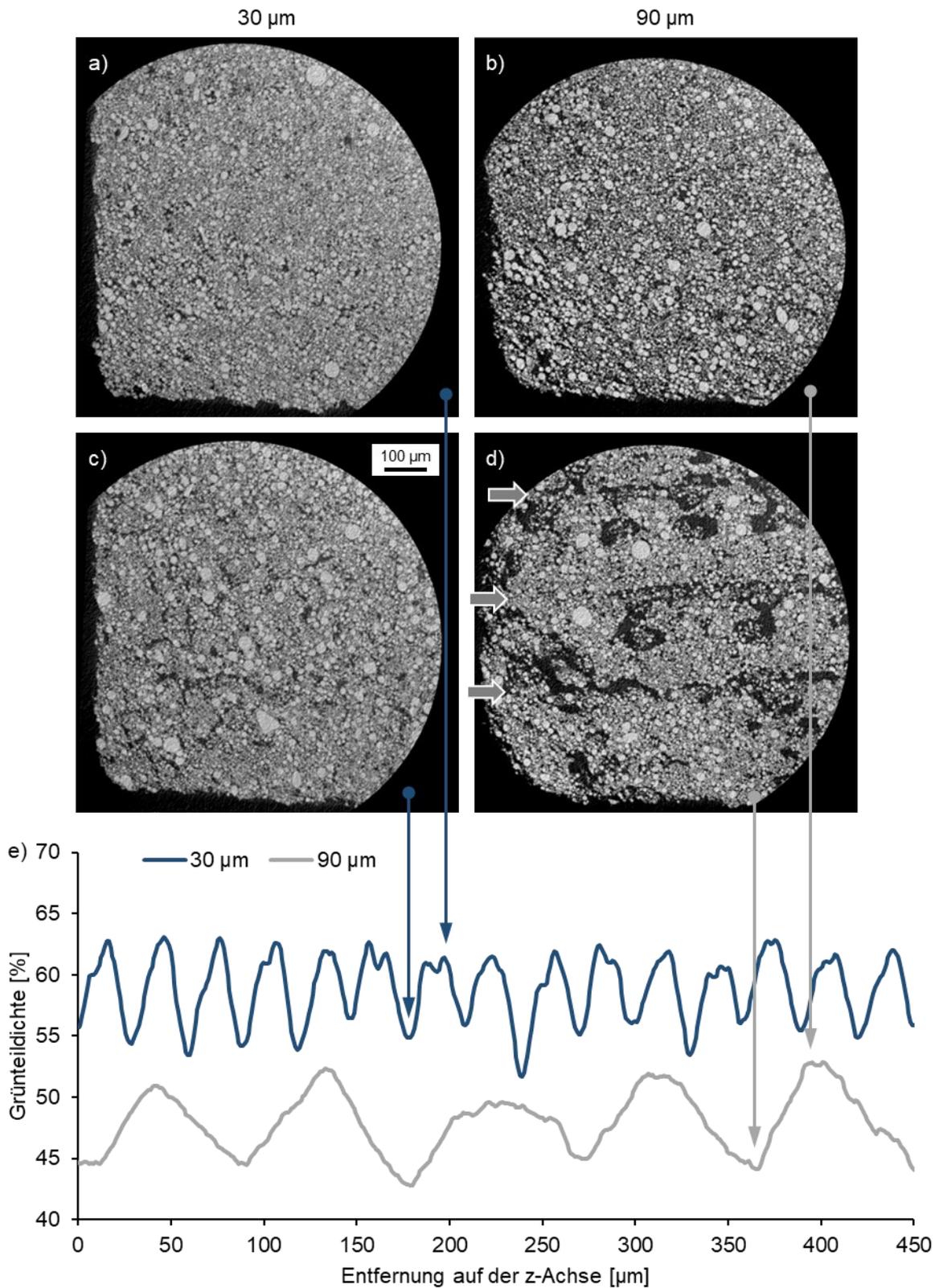


Abbildung 6-3: Hochauflösende Röntgen CT Aufnahmen in der XY-Ebene von Grünteilen für 30 μm (a, c) und 90 μm Schichtstärke (b, d) gedruckt mit 5 mm s⁻¹ Auftragsgeschwindigkeiten in Ebenen, in denen jeweils die inhomogenste Grünteilstruktur liegt (c, d) und um eine halbe Schichtstärke versetzt (a, b). Die Schwankung der Grünteildichte entlang der Z-Achse ist in e) dargestellt.

6.2.3 Sinterteile

Abbildung 6-4 zeigt den Einfluss der Prozessparameter auf die Sinterdichte. Die höchste Sinterdichte wird bei der geringsten Schichtstärke von 30 μm für beide Auftragsgeschwindigkeiten erreicht. Die Sinterdichte nimmt mit zunehmender Schichtstärke für 5 mm s^{-1} Auftragsgeschwindigkeit stetig ab. Bei 20 mm s^{-1} Auftragsgeschwindigkeit schwankt die Sinterdichte innerhalb der Standardabweichung. Eine höhere Spanne in der Sinterdichte ist für die Auftragsgeschwindigkeit von 5 mm s^{-1} zu beobachten.

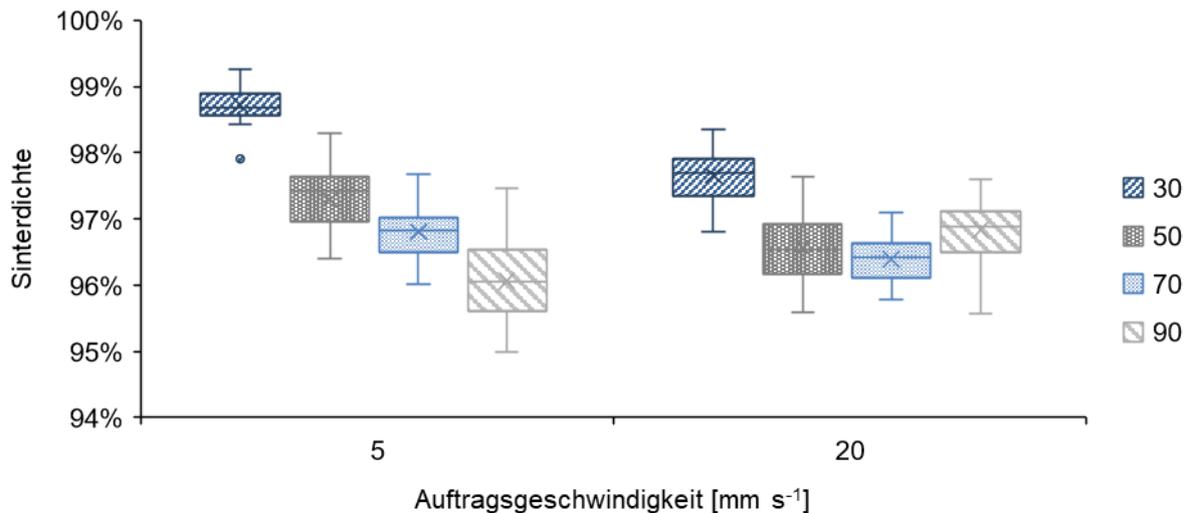


Abbildung 6-4: Effekt der Prozessparameter auf die Sinterdichte für Schichtstärken von 30 – 90 μm

Abbildung 6-5 zeigt das Verdichtungsverhalten der Proben. Bei ähnlichen Grünteildichten erreichen die mit einer niedrigeren Auftragsgeschwindigkeit gedruckten Proben höhere Sinterdichten (außer bei 90 μm Schichtstärke). Weiterhin ist zu beobachten, dass die Trendlinien der Proben mit 30 μm Schichtstärke nahezu horizontal verlaufen, während die Trendlinien der Proben mit 50 – 90 μm Schichtstärke eine Steigung aufweisen. Dies bedeutet, dass Würfel mit höherer Grünteildichte innerhalb eines Druckjobs auch eine höhere Sinterdichte erreichten. Bei 30 μm Schichtstärke wird unabhängig von der Grünteildichte eine ähnliche Sinterdichte erreicht.

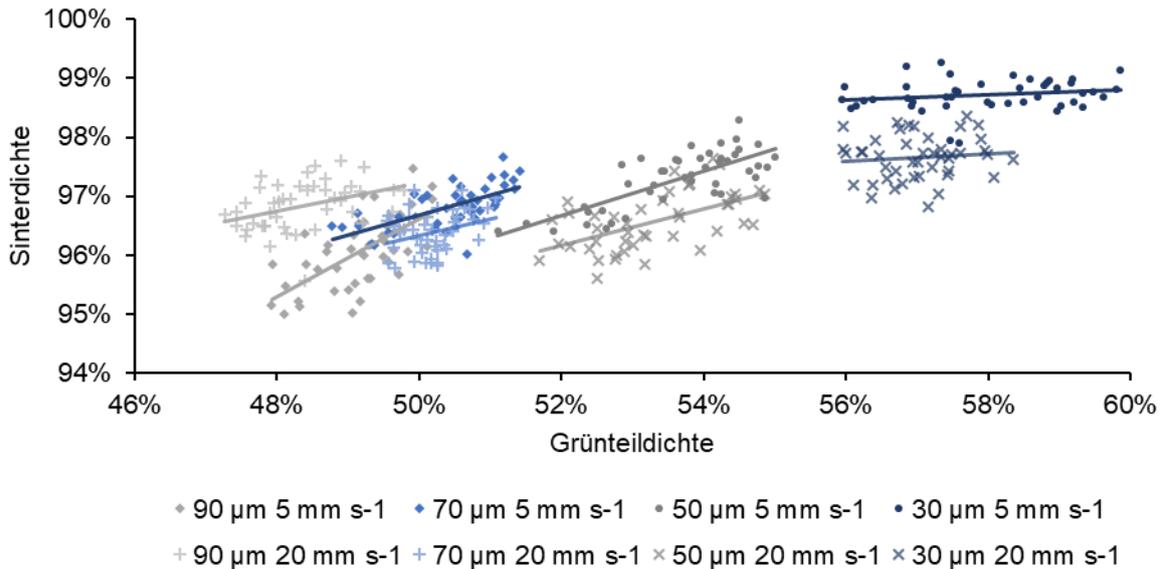


Abbildung 6-5: Einfluss der Auftragsparameter auf das Verhältnis von Grünteil- und Sinterdichte. Die Messpunkte zeigen die einzelnen Würfel eines Druckjobs.

Die hochauflösenden Röntgen-CT-Scans der gesinterten Teile für 30 μm (a, b) und 90 μm Schichtstärke (c, d) sind in Abbildung 6-6 dargestellt. Bei beiden Schichtstärken gibt es dichte Gefüge (a, c) sowie Bereiche mit höherer Porosität (b, d), die jeweils um eine halbe Schicht versetzt sind. Die Porosität in diesen Bereichen ist bei der 90 μm Schichtstärke deutlich höher als bei der 30 μm Schichtstärke. Die Porosität wird auch quantifiziert (e). Bei 30 μm Schichtstärke wird eine geringe Gesamtporosität festgestellt. Bei 90 μm Schichtstärke ist die Porosität höher und unterliegt wiederkehrenden Schwankungen im Intervall der Schichten.

Die Schlifffbilder der gesinterten Teile in Abbildung 6-7 zeigen alle 3 Ebenen, wobei die XY-Ebene in einem leichten Winkel präpariert wurde, um sowohl die dichten als auch die porösen Bereiche zu zeigen, wie sie im Röntgen-CT beobachtet wurden. Bei 30 μm Schichtstärke wird eine durchgängig geringere und gleichmäßige Porosität in allen Ebenen beobachtet. Innerhalb der XY-Ebene sind keine Unterschiede festzustellen. Bei 90 μm Schichtstärke ist eine hohe, linienartige Porosität in der XZ- und YZ-Ebene zu erkennen, welche die Schichtstruktur darstellt. In der XY-Ebene fällt auf, dass im dichten Bereich überwiegend runde Poren vorhanden sind, während im porösen Bereich unregelmäßig geformte Poren vorliegen.

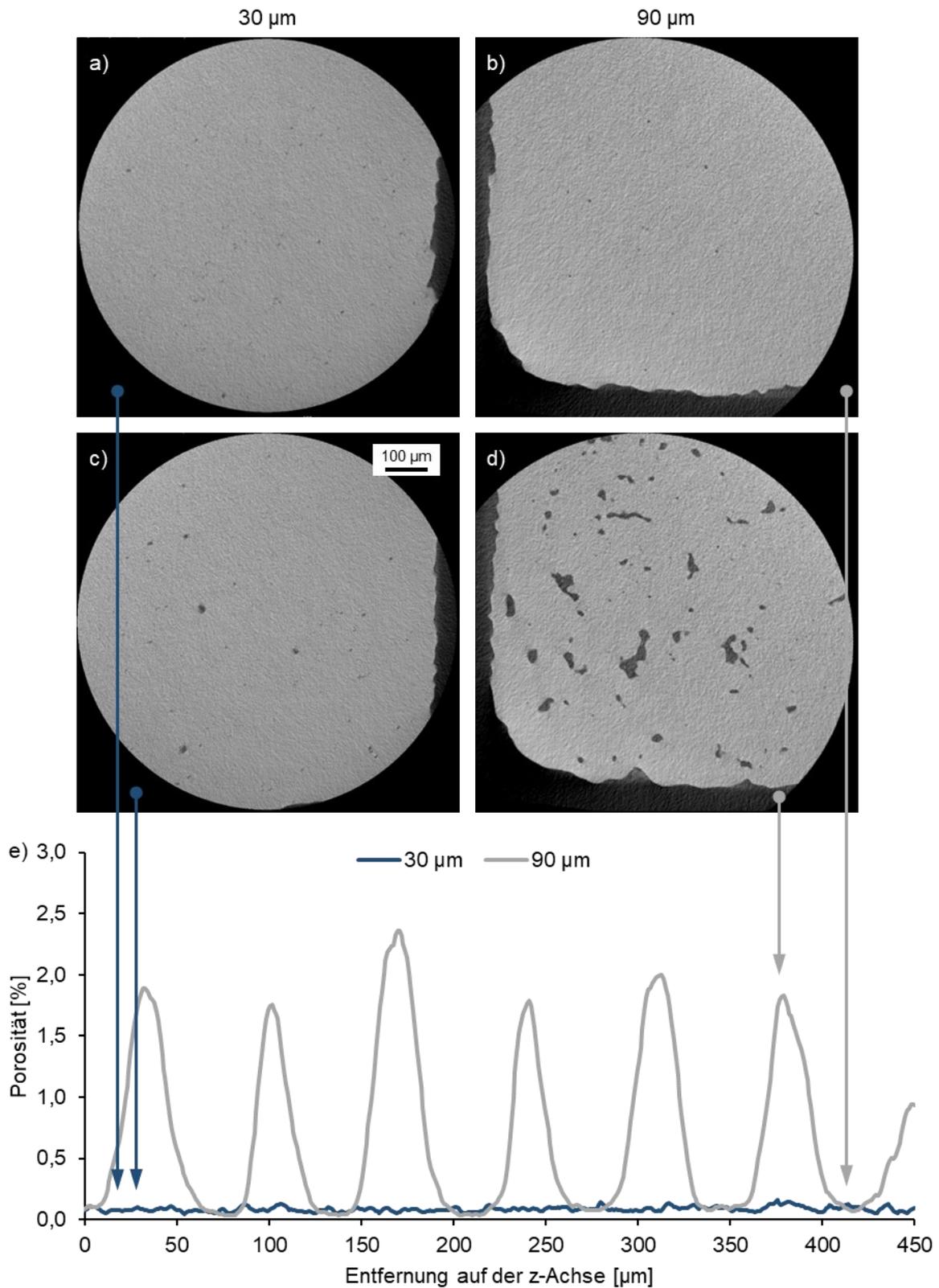


Abbildung 6-6: Hochauflösende Röntgen-CT-Aufnahmen der Sinterteile in der XY-Ebene für 30 μm (a, b) und 90 μm Schichtstärke (c, d) in Ebenen, in denen jeweils die inhomogenste Grünkörperstruktur liegt (b, d) und um eine halbe Schicht versetzt (a, c). Die Porositätsschwankung entlang der Z-Achse ist in e) dargestellt.

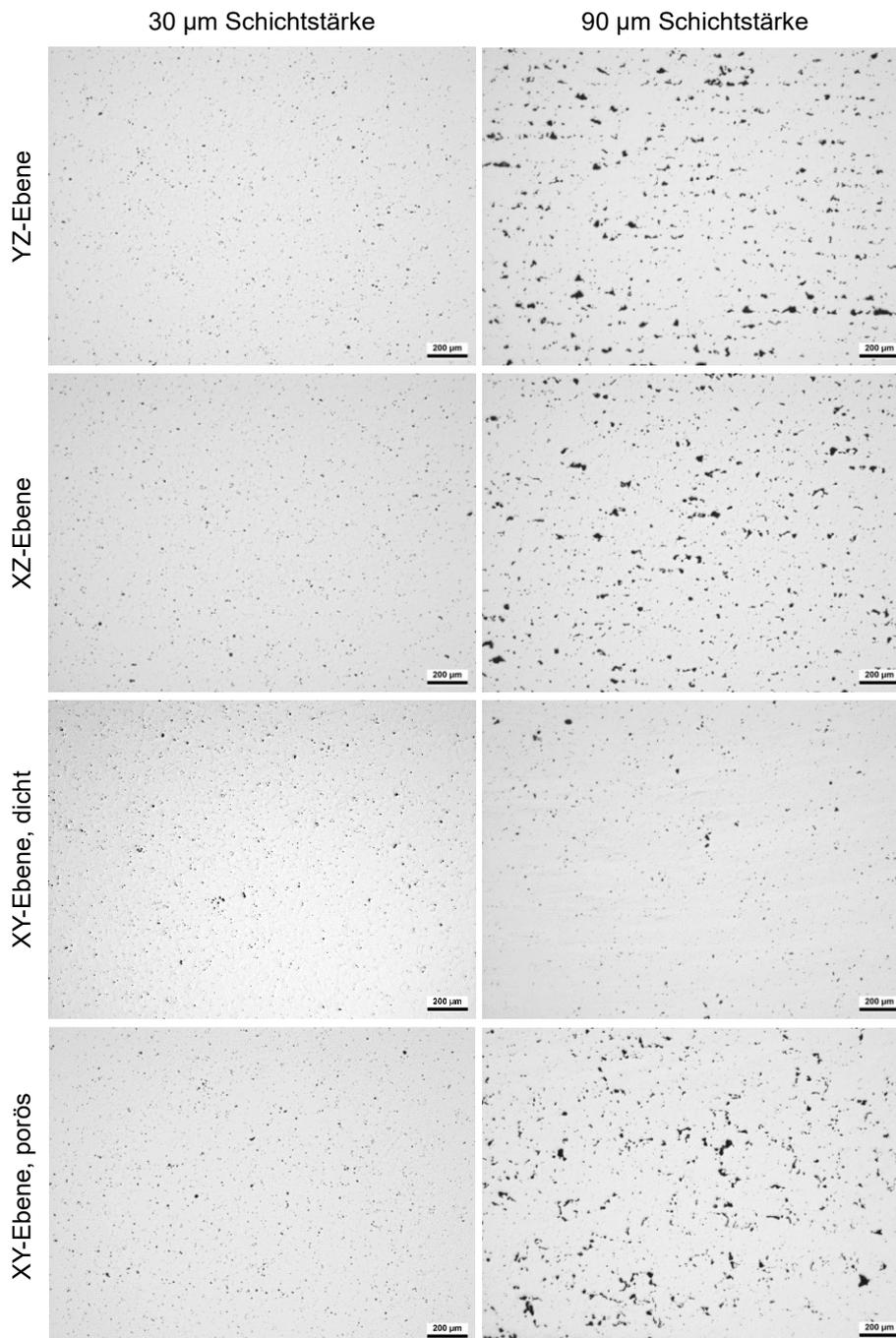


Abbildung 6-7: Lichtoptische Aufnahmen der gesinterten Teile in verschiedenen Ebenen für 30 und 90 µm Schichtstärke

6.2.4 Schwindung

Abbildung 6-8 zeigt den Effekt der Prozessparameter auf die nach Kapitel 4.4.4 ermittelte Schwindung in X-, Y- und Z-Richtung. Die Werte pro Schichtstärke sind über beide Auftragsgeschwindigkeiten gemittelt, während die Werte für die Auftragsgeschwindigkeiten über alle vier Schichtstärken gemittelt sind. Die Schwindung nimmt mit zunehmender Schichtstärke in allen drei Richtungen zu. Innerhalb einer Schichtstärke ist die Schwindung in der Z-Achse immer am größten. Während die X- und Y-Schwindung bei 30 µm Schichtstärke auf glei-

chem Niveau liegen, wird die Schwindung in X-Richtung mit zunehmender Schichtstärke größer als die in Y-Richtung. Ein Einfluss der Auftragsgeschwindigkeit auf das Schwindungsverhalten ist nicht zu beobachten.

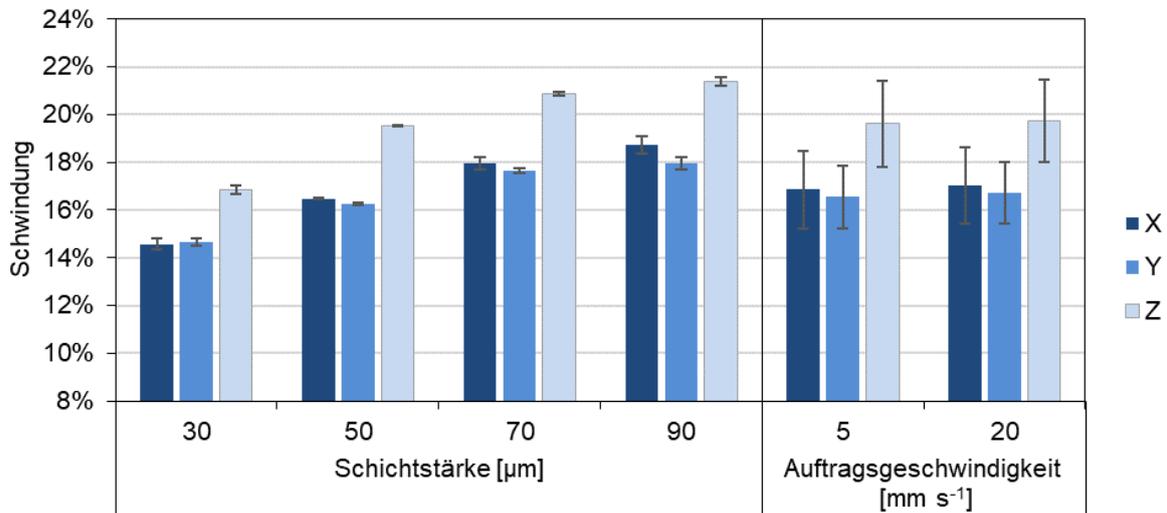


Abbildung 6-8: Einfluss der Prozessparameter auf das Schwindungsverhalten. Die Werte sind über alle Auftragsgeschwindigkeiten bzw. Schichtstärken gemittelt

Weiterhin wurde die Schwindung gemäß Kapitel 4.4.4 normiert, um den Beitrag einer Richtung zum Schwindungsverhalten und damit die Anisotropie der Schwindung zu ermitteln. Abbildung 6-9 zeigt den Einfluss der Prozessparameter auf die Anisotropie des Schwindungsverhaltens. Für die verschiedenen Schichtstärken bleibt der Anteil in Z-Richtung weitestgehend konstant, während der Anteil in Y-Richtung im Vergleich zur X-Richtung mit zunehmender Schichtstärke leicht abnimmt. Die Auftragsgeschwindigkeit hat keinen Einfluss auf die Anisotropie des Schwindungsverhaltens.

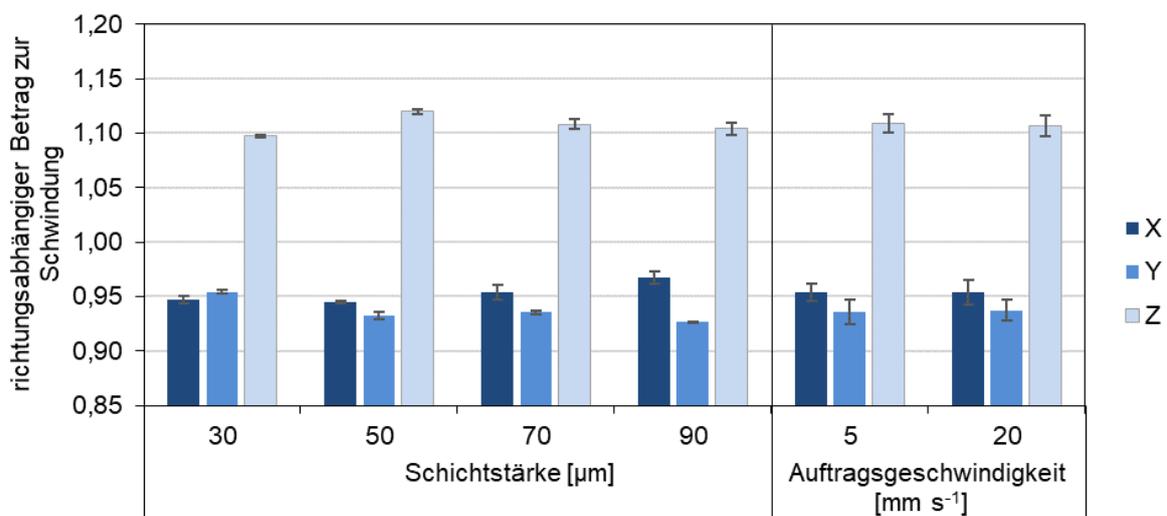


Abbildung 6-9: Einfluss der Prozessparameter auf die Anisotropie des Schwindungsverhaltens. Die Werte sind über alle Auftragsgeschwindigkeiten bzw. Schichtstärken gemittelt

6.3 Diskussion Phase II

6.3.1 Grünteile

6.3.1.1 Schichtstärke

Die ermittelten Ergebnisse zeigen eine Zunahme der Grünteildichte mit geringerer Schichtstärke. Dies deckt sich mit den Erkenntnissen aus der vorherigen Phase und der Literatur. Die Zunahme ist darauf zurückzuführen, dass die Verdichtungskraft auf weniger Partikel wirkt, was zu einer höheren Kraft pro Partikel führt [88, 105].

Die Aufnahmen der Röntgen-Computertomographie zeigen darüber hinaus auch die Beeinflussung der Homogenität der Grünteile durch die Schichtstärke. Bei höheren Schichtstärken wird mehr Binder pro Schicht eingebracht, um die gleiche Sättigung zu erreichen. Da der Binder von oben in die Schicht eingebracht wird, führen mehr Bindertropfen zu einer stärkeren Penetration der Schichtoberfläche und hinterlassen linienartige Fehlstellen im Grünteil, die den gleichen Abstand wie die Düsen im Druckkopf haben. Emady *et al.* [122] untersuchten den Aufprall von Tröpfchen auf das Pulverbett und beobachteten Kraterbildung, wenn Tröpfchen aus großer Höhe mit hoher Geschwindigkeit auf das Pulverbett treffen. Parab *et al.* [121] beobachteten ebenfalls Fehlstellen im Pulverbett, die durch das Auftreffen der Bindertropfen verursacht wurden. Partikel wurden durch den Tropfen entweder nach unten verschoben oder aus dem Pulverbett herausgeschleudert. Sie stellten fest, dass die Kraterbildung durch den Aufprall und die Kompression des Pulverbettes die Hauptmechanismen für die Fehlstellen im Pulverbett sind. Die in dieser Arbeit durchgeführten Untersuchungen zeigen, dass die, durch den Binderauftrag verursachten Defekte auch durch den Pulverauftrag der darauffolgenden Schicht nicht geschlossen werden können und somit im Grünteil verbleiben.

Die dunklen Hohlräume zwischen den Linien können mit der Menge des aufgetragenen Binders zusammenhängen, die bei 90 μm Schichtstärke deutlich höher ausfällt. Sie kann dazu führen, dass feine Partikel von der Schichtoberfläche in die Schicht hinein gespült werden, was durch die größeren Lücken der geringeren Grünteildichte bei 90 μm Schichtstärke zusätzlich begünstigt wird. Dies kann darüber hinaus auch eine Ursache für die Dichteschwankungen im Grünteil sein. Da die 30 μm Schichtstärke jedoch ebenfalls Dichteschwankungen im Grünteil aufweist und ausschließlich Grünteile mittels Röntgen-CT untersucht wurden, und nicht das geschichtete Pulverbett ohne Binderauftrag, ist es auch möglich, dass der Pulverauftrag bereits zu Entmischungseffekten im Pulverbett geführt haben könnte. Zu diesen Ergebnissen kommen ebenfalls mehrere Simulationen [101, 106, 115], die den Pulverauftrag mittels gegenläufigem Roller simulierten und Entmischungen in der aufgetragenen Schicht

feststellten. In der vorliegenden Arbeit konnten diese Effekte erstmals an praktischen Untersuchungen nachgewiesen werden.

6.3.1.2 Auftragsgeschwindigkeit

In dieser Phase konnte eine Abnahme der Grünteildichte bei höheren Auftragsgeschwindigkeiten festgestellt werden. Während dies in der Phase zuvor nur für unkonditioniertes Pulver beobachtet wurde, konnte dies in dieser Phase auch für das getrocknete Pulver beobachtet werden. Die Ergebnisse dieser Phase deuten darauf hin, dass die These zutrifft, wonach Pulver mit geringerer Fließfähigkeit mehr Zeit benötigen, um dichter zu werden. Die Ergebnisse stehen im Einklang mit Simulationen zur Pulverausbringung mittels gegenläufigem Roller von Parteli und Pöschel [114] und Lee *et al.* [115]. Wie bereits im Stand der Technik und der Phase I erwähnt, zeigt die Literatur über praktische Studien jedoch keinen einheitlichen Einfluss der Auftragsgeschwindigkeit auf die Grünteildichte [116, 118, 119]. Da die in der Literatur veröffentlichten Versuche darüber hinaus auf unterschiedlichen Druckern mit unterschiedlichen Pulverauftragssystemen und unterschiedlichen Pulvern durchgeführt wurden, ist eine Vergleichbarkeit der Ergebnisse nur bedingt möglich.

Da die Auftragsgeschwindigkeit erheblichen Einfluss auf die Prozesszeit und die Wirtschaftlichkeit des Verfahrens hat sollte sie nach Möglichkeit hoch gewählt werden. Um den Verlust an Grünteildichte auszugleichen, könnte es zielführend sein eine größere Rolle für den Pulverauftrag zu verwenden, da das Pulver durch den geringeren Kontaktwinkel zwischen Roller und Pulverbett über einen längeren Zeitraum in der Kontaktzone verbleibt. Darüber hinaus erhöht ein größerer Roller die Normalkraft auf das Pulverbett, wodurch es weiter verdichtet werden kann.

6.3.2 Sinterteile

6.3.2.1 Schichtstärke

Im Rahmen der Untersuchungen wird bei höheren Schichtstärken eine geringere Sinterdichte festgestellt. Die Schliffe und die Röntgenaufnahme der 90 μm Schichtstärke zeigen, dass die Porosität nicht gleichmäßig im Sinterteil auftritt, sondern schichtweisen Schwankungen mit einem Abstand von 70 μm unterliegt, die zur 90 μm Schichtstärke - reduziert um ca. 21 % Schwindung - passt. Die Porosität resultiert aus der inhomogenen Partikelstruktur der Grünteile. Die Zwischenschichtbereiche mit geringerer Grünteildichte führen zu einer lokal niedrigeren Koordinationszahl, die das Verdichtungsverhalten beeinträchtigt. Die Bereiche mit geringer Grünteildichte der 30 μm Schichtstärke haben eine ausreichend hohe und durchgängig höhere Koordinationszahl als die der 90 μm Schichtstärke und verdichteten vollständig.

In der Literatur werden bei MBJ Teilen sowohl Porosität aufgrund lokal niedrigerer Koordinationszahlen [150] als auch aufgrund schichtweiser Porosität beschrieben. Huber *et al.* [151] vermuten, dass der abwechselnde Pulver- und Binderauftrag im Druckprozess zu binderangereicherten Schichten führt, die nach dem Ausbrennen des Binders Porosität hinterlassen, welche im anschließenden Sinterprozess nicht mehr geschlossen wird. Mostafaei *et al.* [152] führen die schichtweise Porosität beim feinsten verarbeiteten Pulver auf eine weniger effiziente Pulverpackung während des Druckens zurück. Wheat *et al.* [41] beobachten Schwankungen der Sinterdichte bei unterschiedlich groben Titanpulvern. Die Schwankungen mit der größten Amplitude werden bei den feinsten Pulvern festgestellt, die zusätzlich auch bimodal waren und eine breite Verteilung aufwiesen.

Die Ergebnisse dieser Arbeit stimmen mit den Erkenntnissen aus der Literatur überein und fügen die einzelnen Beobachtungen der Literaturquellen darüber hinaus zu einem geschlossenen Bild zusammen. Die Untersuchungen zeigen, dass der Pulverauftrag und Bindereintrag zu Entmischungen in Grünteilen führen, welche bei höheren Schichtstärken größer ausfallen und durch lokal niedrigere Koordinationszahlen die Zwischenschichtporosität fördern.

6.3.2.2 Auftragsgeschwindigkeit

Die mit der höheren Auftragsgeschwindigkeit von 20 mm s^{-1} gedruckten Grünteile erreichen überwiegend eine geringere Sinterdichte. Dieses, von der Auftragsgeschwindigkeit abhängige, Verdichtungsverhalten ist auf eine geringere Koordinationszahl durch die inhomogenere Anordnung der Pulverpartikel bei höheren Geschwindigkeiten zurückzuführen.

Myers *et al.* [119] beobachteten keine Auswirkungen der Auftragsgeschwindigkeit auf die Sinterdichte. Dies kann darauf zurückzuführen sein, dass die Proben aus 316L bis zum Endstadium des Sinters gesintert wurden und bei 1380 °C nahezu vollständig verdichteten. In diesem Temperaturbereich sintern MBJ Proben aus 316L mit $D_{90} - 22 \text{ }\mu\text{m}$ Pulver und geringen Schichtstärken im Allgemeinen nahezu dicht [68]. Shanjani und Toyserkani [105] ermittelten jedoch die Biegefestigkeit von Binder Jetting Proben, die im Anfangsstadium bei 1120 °C gesintert wurden und erzielten die höchsten Festigkeiten bei Proben, die mit der niedrigsten Auftragsgeschwindigkeit gefertigt wurden. Die hohe Festigkeit wurde auf die hohe Anzahl von Kontaktpunkten zwischen den Partikeln zurückgeführt.

Diese Erkenntnisse der Arbeit, dass niedrigere Auftragsgeschwindigkeit zu einer höheren Koordinationszahl und damit einer besseren Verdichtung von MBJ-Teilen führen, werden durch die Literatur gestützt.

6.3.2.3 Beziehung zwischen Grünteil- und Sinterdichte

Die prozessbedingte Streuung der Grünteildichte innerhalb eines Druckjobs ermöglicht weitere Rückschlüsse auf das Verdichtungsverhalten. Die Partikelstruktur der Grünteile scheint bei 30 µm Schichtstärke so homogen zu sein, oder auch in den weniger dichten Bereichen eine ausreichend hohe Koordinationszahl zu besitzen, dass unabhängig von der Grünteildichte eine ähnliche Sinterdichte erreicht wird. Bei den höheren Schichtstärken ist analog zur Schichtstärke von 90 µm von einer inhomogenen Anordnung der Partikel auszugehen, die der limitierende Faktor bei der Verdichtung zu sein scheint. Bei höheren Grünteildichten dürfte diese Inhomogenität im Grünteil geringer werden, so dass eine höhere Grünteildichte auch zu einer höheren Sinterdichte führt.

6.3.3 Schwindung

Die größere Schwindung bei höherer Schichtstärke ist auf die geringere Grünteildichte zurückzuführen, da mehr Porenvolumen aufgefüllt werden muss. Die Auftragsgeschwindigkeit hat keinen merklichen Einfluss auf die Schwindung oder deren Anisotropie. Die Anisotropie der Schwindung, bei der die Schwindung in Z-Richtung höher ist als in X- und Y-Richtung, ist ein spezifisches Merkmal des MBJ. Die nicht verdichtende Oberflächendiffusion, die zu Beginn des Sinterprozesses einsetzt, findet vorwiegend in der dichten und hochkoordinierten Pulverpackung im homogenen Bereich innerhalb einer Schicht statt. Mit fortschreitendem Sinterprozess schließt die verdichtende Volumendiffusion die verbleibenden Poren, die sich vor allem an den Grenzflächen zwischen den Schichten befinden. Dies führt zu einer höheren Gesamtschwindung in Z-Richtung von MBJ-Teilen. Die konstante und parameterunabhängige Anisotropie zwischen der Z-Richtung und der XY-Ebene lässt sich auf die gleichmäßige Spannweite der Grünteildichte-Schwankung zurückführen.

Untersuchungen von Wheat *et al.* [153], bei denen mit MBJ hergestellte Titanbauteile bei einer Sintertemperatur von 1000 °C größere periodische Schwankungen aufwiesen als bei 1400 °C, zeigen, dass die Verdichtung zunächst in hochkoordinierten Bereichen auftritt und Zwischenschichtporosität zurückbleibt. Mirzababaei *et al.* [154] untersuchten die Schwindung von 10 mm großen Würfeln aus 316L. Die Ergebnisse zeigen eine geringere Anisotropie der Schwindung (X: 0,954; Y: 0,979; Z: 1,067). Dies könnte sowohl auf die schmalere Partikelgrößenverteilung als auch auf die verbleibenden Poren bei 93,5 % Dichte zurückzuführen sein, die sich vermutlich an den Grenzflächen zwischen den Schichten befinden. Darüber hinaus zeigen Untersuchungen der eigenen Forschungsgruppe, dass der Bindereintrag ebenfalls Auswirkungen auf die Zwischenschichtporosität und die Anisotropie der Schwindung hat [155].

Die unterschiedliche Schwindung in X- und Y-Richtung könnte auf die mit dem Bindereintrag verbundene linienartige Porosität zurückzuführen sein, die bei hohen Schichtstärken größer ist und in diesen Bereichen das anfängliche Halswachstum in X-Richtung hemmt. Sie hinterlässt Poren, die im weiteren Verlauf der Sinterung eliminiert werden, was die Schwindung in X-Richtung erhöht - analog zur bereits diskutierten Zwischenschichtschwindung.

Diese Ergebnisse bestätigen Vermutungen der Literatur, dass die Verdichtung zunächst in hochkoordinierten Bereichen auftritt und zu Zwischenschichtporosität führt, die erst im weiteren Sinterverlauf geschlossen wird. Darüber hinaus deuten die Erkenntnisse darauf hin, dass die Verteilungsbreite des Pulvers einen Einfluss auf die Anisotropie der Schwindung haben könnte.

6.4 Fazit Phase II

In der zweiten Phase wurde der Einfluss der Auftragsparameter auf die Grün- und Sinterteilstruktur sowie auf den Verdichtungsprozess untersucht. Als einflussreichster Parameter wurde die Schichtstärke ermittelt. Mit höherer Schichtstärke nehmen – wie in der Phase zuvor auch festgestellt – die Grünteil- und Sinterdichte ab.

In den Grünteilen wurden Schwankungen der Grünteildichte beobachtet, die bei höheren Schichtstärken größer ausfallen. Darüber hinaus kommt es zu Entmischungen der Partikel im Grünteil. Mögliche Ursachen für diesen Effekt sind der gegenläufige Roller des Pulverauftrags und die Wechselwirkung zwischen dem Binder und dem Pulverbett. Mit zunehmender Schichtstärke sind die Entmischungen stärker ausgeprägt. Diese Effekte führen zu lokal niedrigeren Koordinationszahlen in Grünteilen insbesondere bei höheren Schichtstärken und fördern die Zwischenschichtporosität von Sinterteilen, worauf die geringeren Sinterdichten und das anisotrope Schwindungsverhalten zurückzuführen sind.

Darüber hinaus hinterlässt der Bindereintrag eine streifenförmige Porosität im Grünteil, die durch den Aufprall von Bindertropfen in das Pulverbett verursacht wird. Bei höherer Schichtstärke nimmt die Porosität zu, da mehr Binder pro Schicht aufgetragen wird.

Geringere Auftragsgeschwindigkeiten fördern eine homogene Partikelanordnung und eine höhere Koordinationszahl im Grünteil, was zu einem besseren Verdichtungsverhalten und einer höheren Sinterdichte führt.

7 Phase III: Einfluss von Partikelgröße und Schichtstärke

7.1 Einleitung Phase III

In Phase III wird das Auftragsverhalten verschiedener Partikelgrößenverteilungen in Abhängigkeit der Schichtstärke untersucht. Neben der Grünteildichte und den vom Verdichtungsprozess abhängigen Kenngrößen wird auch die Pulverbettichte ermittelt. Darüber hinaus werden die Pulvereigenschaften umfassend charakterisiert, um eine Beziehung zwischen den, mit standardisierten Methoden messbaren, Partikel-, bzw. Pulvereigenschaften und dem Prozessverhalten der Pulver herzustellen.

Die in der vorherigen Phase durchgeführten Röntgen-CT Untersuchungen entfallen auf Basis von Erkenntnissen die nicht Teil dieser Arbeit und daher an anderer Stelle dokumentiert sind [156]. Dabei wurden Untersuchungen mittels Röntgen-CT sowohl an Grün- und Sinterteilen als auch am Pulverbett durchgeführt. Die Dichteschwankungen gesinterter Teile konnten dabei auf Dichteschwankungen in den Grünteile zurückgeführt werden. Der Ursprung dieser Dichteschwankungen ist jedoch auf den Pulverauftrag mittels Roller zurückzuführen und wird durch die Wechselwirkungen zwischen Pulver und Binder lediglich verstärkt. Die Dichteschwankungen sind somit maßgeblich auf die Pulverauftragsmethode und damit auf die Konstruktion des Druckers zurückzuführen, welche im Rahmen dieser Arbeit nicht verändert wird. Weiterhin zeigen die Untersuchungen, dass die Erfassung feinerer Poren und Pulverpartikeln bei unzureichender Auflösung der Röntgen-CT Untersuchungen die gemessene Dichte beeinflusst. Bei den wesentlich feineren Pulvern dieser Phase ist nur eine geringere Aussagekraft und ein bedingter Mehrwert der Röntgen-CT Messungen zu erwarten. Um die Auswirkungen der Pulver-Binder-Interaktion zu untersuchen, wird die Bestimmung der Pulverbettichte hinzugezogen.

In Phase III werden das Ausgangspulver und die Schichtstärke variiert. Die Schichtstärken entsprechen dabei dem Produkt aus dem D_{50} des jeweiligen 316L-Pulvers und den Faktoren 2,5; 5; 7,5 und 10 (Tabelle 4-5). Die Pulver werden hinsichtlich ihrer Partikelgrößenverteilung, sowie der Schütt- und Klopfdichte analysiert. Darüber hinaus wird die Fließfähigkeit über den Schüttwinkel und mit der rotierenden Trommel bestimmt. Die Oberflächenstruktur wird mittels REM aufgenommen. Bei allen Pulver-Schichtstärke-Kombinationen werden die Pulverbett-, Grünteil- und Sinterdichte, sowie die Schwindung und deren Anisotropie untersucht. Die Pulver werden im getrockneten Zustand verwendet.

7.2 Ergebnisse Phase III

7.2.1 Pulver

In Tabelle 7-1 sind die spezifische Oberfläche der Pulver, die Spanne der Verteilungsbreite, sowie die ermittelten Partikelgrößen aufgeführt. Die dazugehörigen Verteilungskurven sind in Abbildung 7-1 dargestellt. Die spezifische Oberfläche der Pulver ist geringer, je größer die Partikel sind.

Tabelle 7-1: Partikelgrößen und spezifische Oberfläche der Pulver

Pulver	Partikelgröße D ₁₀ [µm]	Partikelgröße D ₅₀ [µm]	Partikelgröße D ₉₀ [µm]	Spanne der Verteilungsbreite	Verteilungsschiefe	Spezifische Oberfläche [m ² g ⁻¹]
5	2,1	5,1	9,7	1,51	0,548	0,213
7	3,0	6,9	14,3	1,63	1,093	0,155
10	3,7	9,6	20,4	1,74	0,897	0,115
13	3,5	13,4	29,9	1,97	0,624	0,103
14	4,1	14,4	28,7	1,71	0,556	0,094
21	8,3	21,3	35,1	1,26	0,142	0,068
25	10,3	25,4	46,8	1,44	0,780	0,051
26	17,2	26,6	40,3	0,87	1,382	0,048

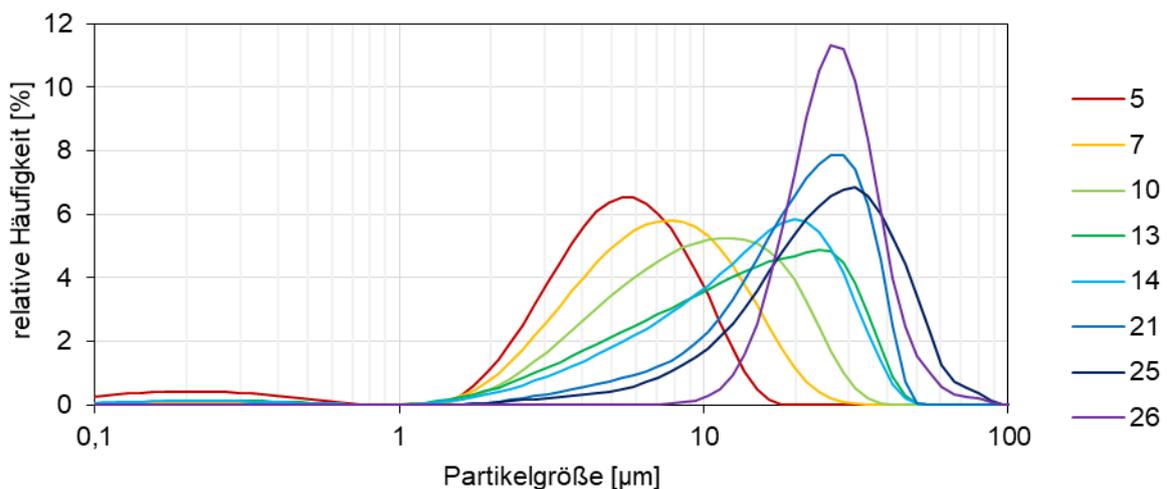


Abbildung 7-1: Relative Partikelgrößenverteilungen der Pulver mit 5 – 26 µm mittlerer Partikelgröße D₅₀

Abbildung 7-2 REM-Aufnahmen der acht Pulver. Alle eingesetzten Partikelgrößen zeigen die für gasverdünnte Pulver charakteristische, überwiegend sphärische Partikelform. Die Oberflächen der sechs feineren Pulver zeigen Agglomerate. Bei den Pulvern 25 und 26 sind keine Agglomerate erkennbar.

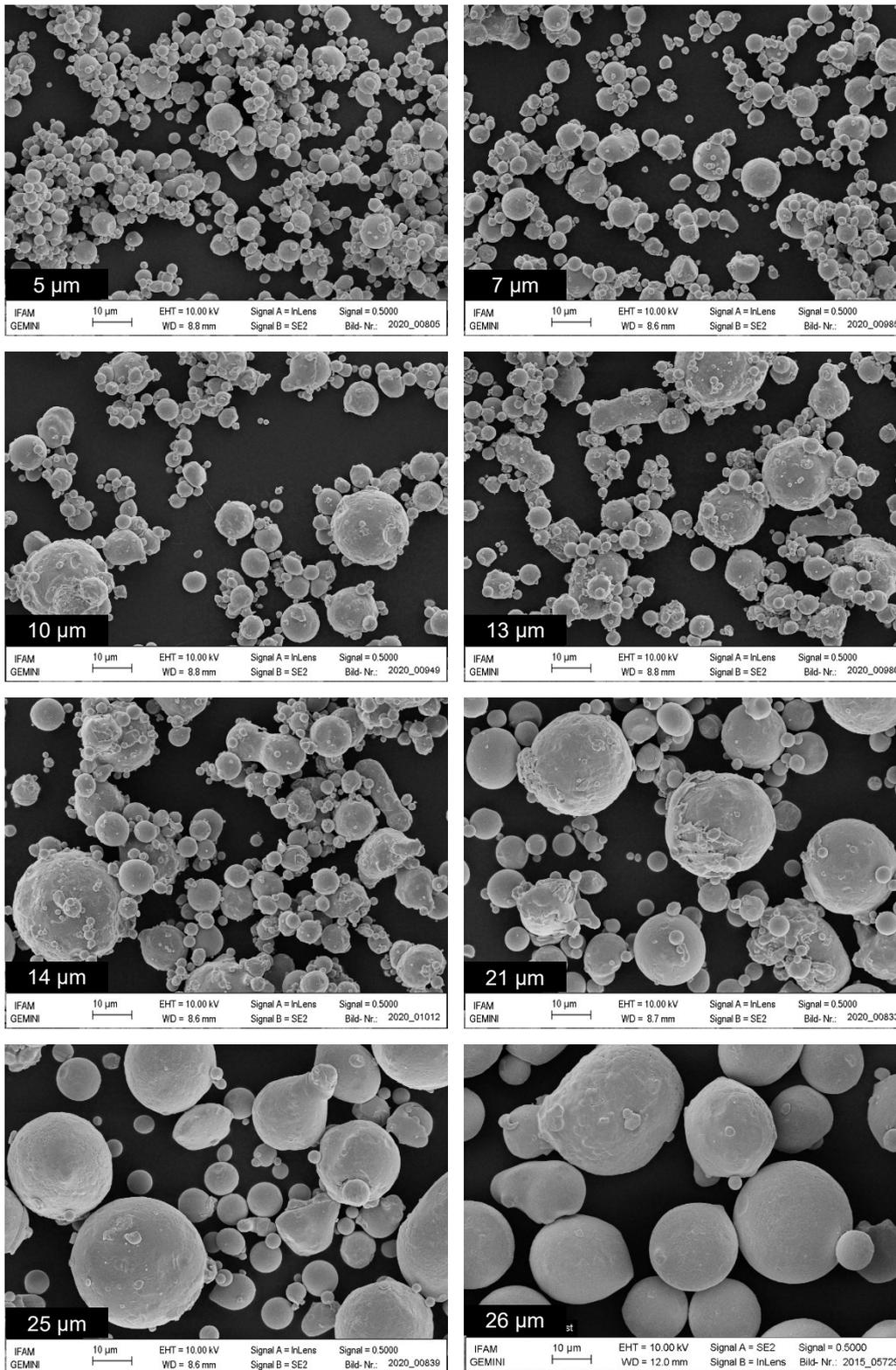


Abbildung 7-2: REM-Aufnahmen der Pulver

Abbildung 7-3 und Abbildung 7-4 zeigen die Schütt- und Klopfdichte, sowie das Hausner Ratio der Pulver in Abhängigkeit der mittleren Partikelgröße beziehungsweise der spezifischen Oberfläche. Mit höherer mittlerer Partikelgröße und niedriger spezifischer Oberfläche nehmen die Schütt- und die Klopfdichte zu. Die Schüttdichte nimmt stärker zu als die Klopfdichte.

dichte, sodass die Differenz der beiden Dichten ebenso geringer wird, wie deren Quotient bzw. das Hausner Ratio. Die in Abbildung 7-5 dargestellten Schütt- und Klopfdichte, sowie das Hausner Ratio der Pulver zeigen keinen eindeutigen Zusammenhang zur Verteilungsbreite der Pulver.

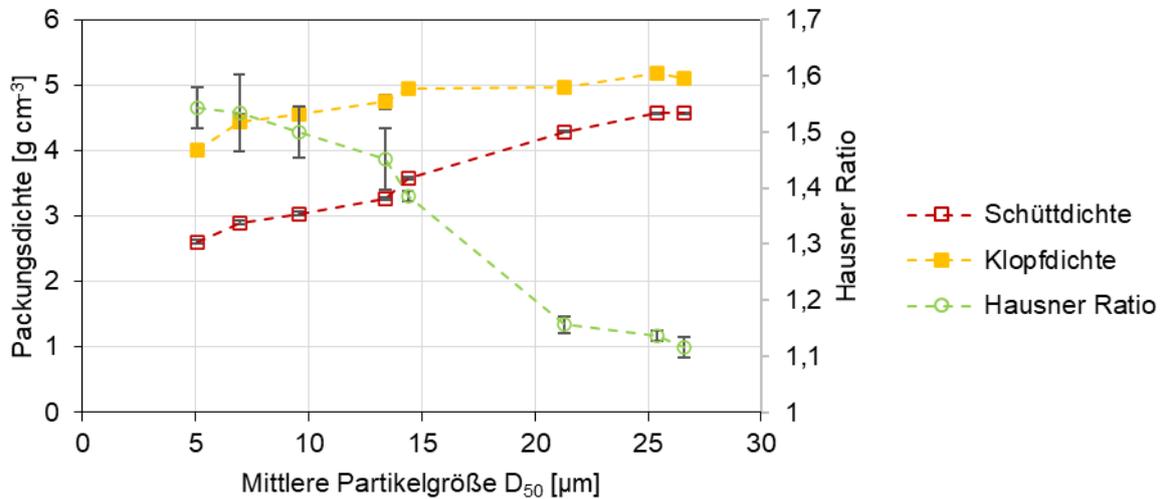


Abbildung 7-3: Schütt- und Klopfdichte, sowie Hausner Ratio der Pulver in Abhängigkeit der mittleren Partikelgröße

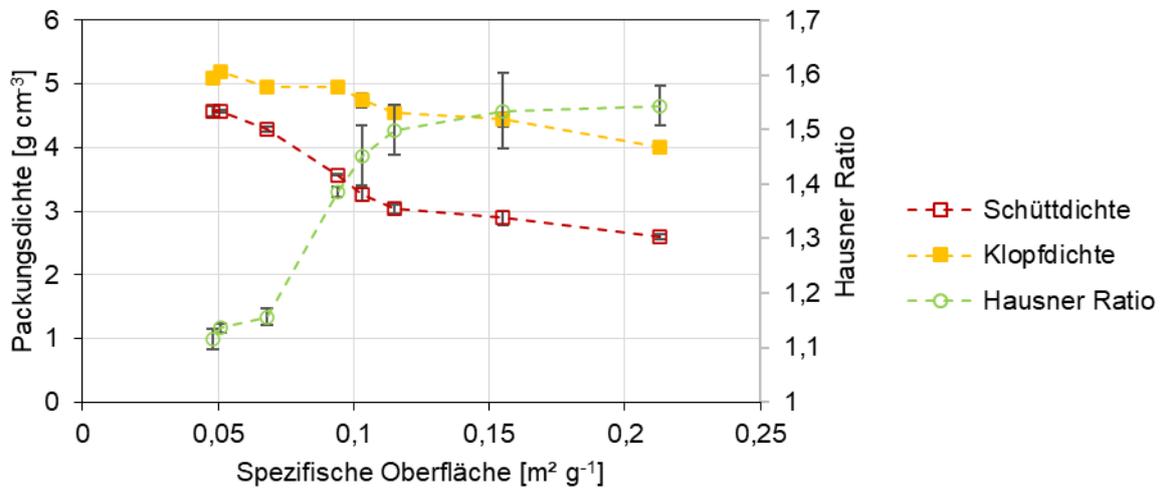


Abbildung 7-4: Schütt- und Klopfdichte, sowie Hausner Ratio der Pulver in Abhängigkeit der spezifischen Oberfläche

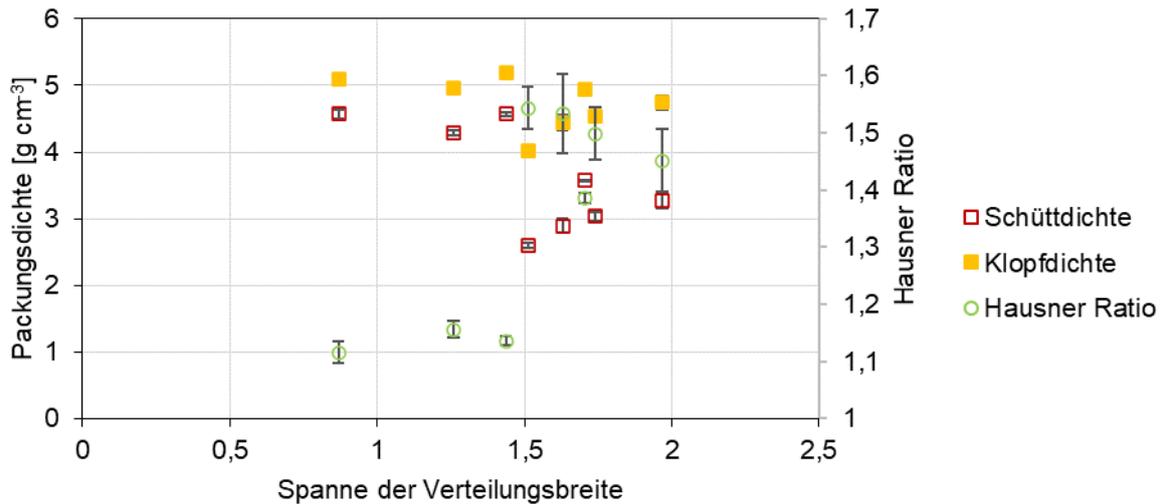


Abbildung 7-5: Schütt- und Klopfdichte, sowie Hausner Ratio der Pulver in Abhängigkeit der Spanne der Verteilungsbreite

Abbildung 7-6 zeigt den Schüttwinkel der Pulver in Abhängigkeit der mittleren Partikelgröße und der spezifischen Oberfläche. Bei Pulvern mit größerer spezifischer Oberfläche und geringerer Partikelgröße liegt ein größerer Schüttwinkel vor.

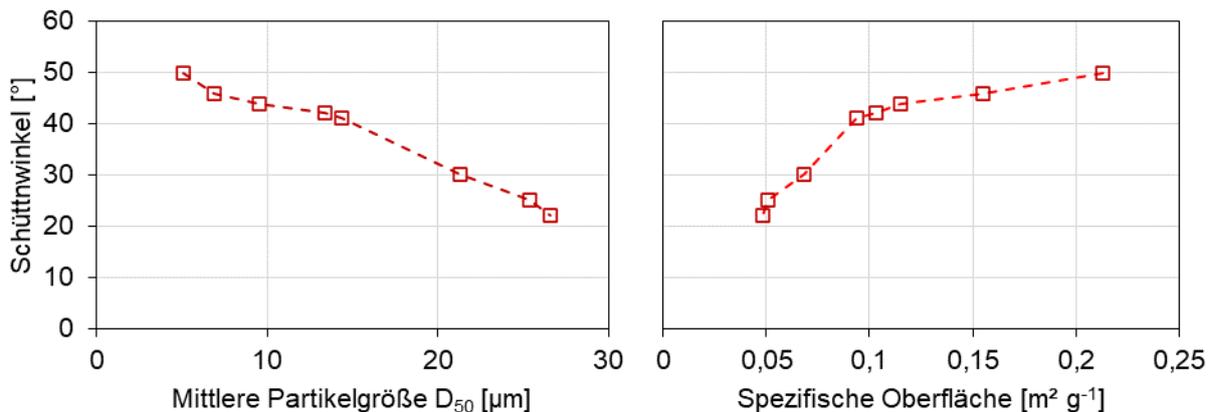


Abbildung 7-6: Schüttwinkel der Pulver in Abhängigkeit der mittleren Partikelgröße und der spezifischen Oberfläche

In Abbildung 7-7 sind die Messwerte der rotierenden Trommel in Abhängigkeit der mittleren Partikelgröße und der spezifischen Oberfläche dargestellt. Die Energie der abgehenden Lawinen (Lawinenenergie) ist höher bei größerer spezifischer Oberfläche und geringerer Partikelgröße. Die Fraktalität der Oberfläche weist bei den fünf feineren Pulvern einen ähnlichen, hohen Wert auf und nimmt anschließend mit niedriger spezifischer Oberfläche und höherer Partikelgröße ab. Die Zeit zwischen dem Abgang der Lawinen (Lawinenzeit) ist bei größerer spezifischer Oberfläche und geringerer Partikelgröße tendenziell größer. Der Lawinenwinkel ist bei größerer spezifischer Oberfläche und geringerer Partikelgröße höher. Insbesondere

das 5 μm Pulver zeigt einen hohen Wert. In Abbildung 7-8 sind zur Veranschaulichung die Aufnahmen der rotierenden Trommel dargestellt.

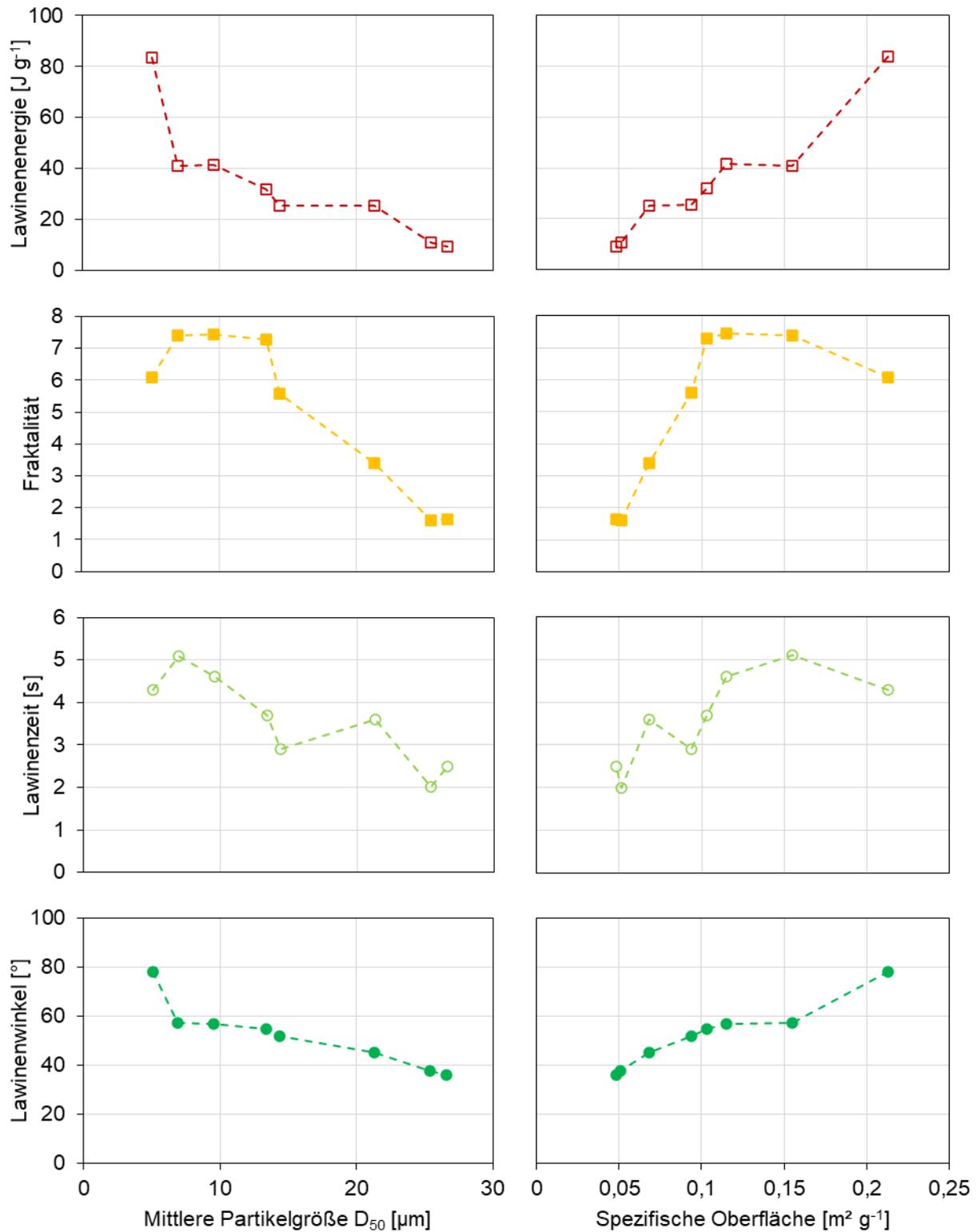


Abbildung 7-7: Messwerte der rotierenden Trommel in Abhängigkeit der mittleren Partikelgröße und der spezifischen Oberfläche

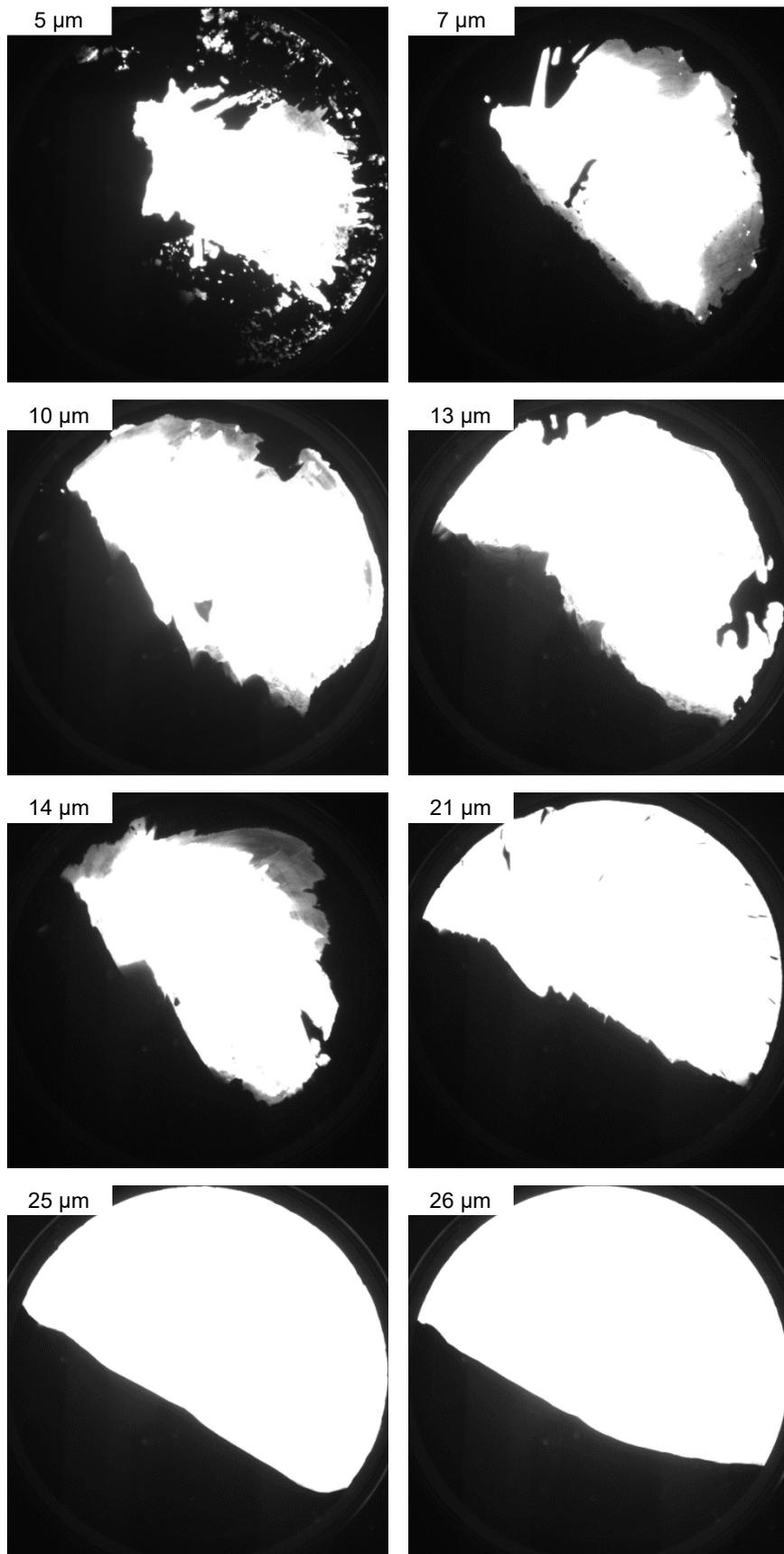


Abbildung 7-8: Aufnahmen der rotierenden Trommel

7.2.2 Pulverbett

Abbildung 7-9 und Abbildung 7-10 zeigen den Einfluss der Schichtstärke bzw. des Schichtstärkenverhältnisses auf die Pulverbettichte für die verschiedenen Pulver. Die Ergebnisse zeigen, dass die Pulverbettichte mit zunehmender Schichtstärke bei allen Pulvern abnimmt. Bei den drei größeren Pulvern ist ein geringerer Abfall der Pulverbettichte bei höherer Schichtstärke zu beobachten.

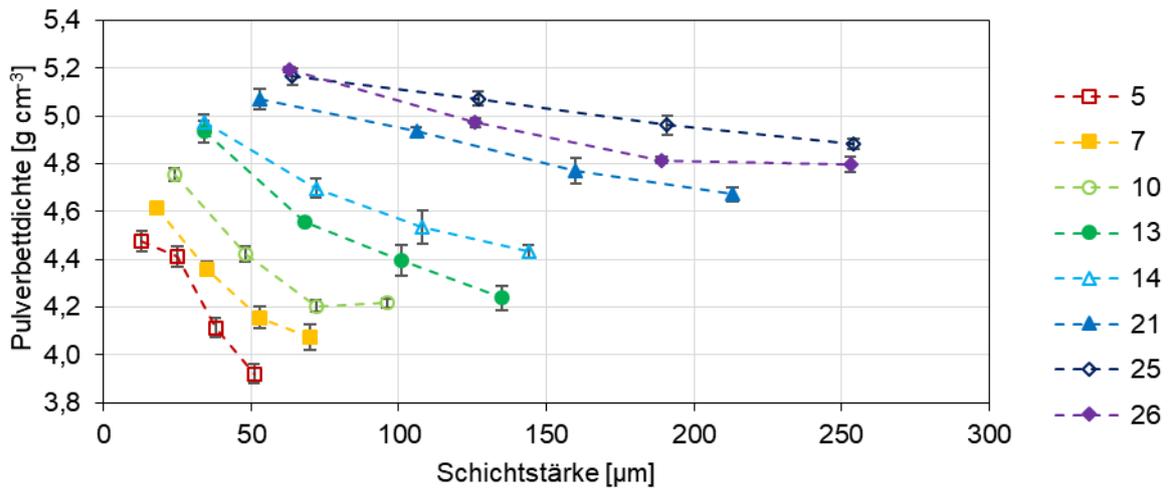


Abbildung 7-9: Pulverbettichte der Pulver mit 5 – 26 μm mittlerer Partikelgröße D₅₀ in Abhängigkeit der Schichtstärke

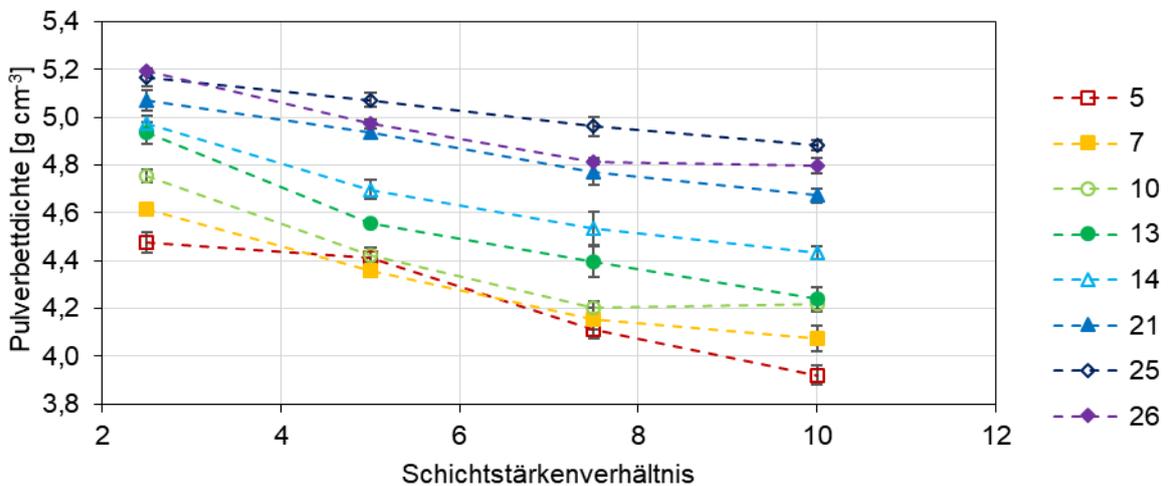


Abbildung 7-10: Pulverbettichte der Pulver mit 5 – 26 μm mittlerer Partikelgröße D₅₀ in Abhängigkeit des Schichtstärkenverhältnisses

In Abbildung 7-11 kann beobachtet werden, dass die Pulverbettdichte bei größeren Pulvern höher ist. Da die Partikelgröße nach Tabelle 7-1 in einer festen Zuordnung zur spezifischen Oberfläche steht, werden die Ergebnisse im Folgenden ausschließlich in Abhängigkeit der Partikelgröße dargestellt. Zwischen der in Abbildung 7-12 dargestellten Pulverbettdichte und der Verteilungsbreite der Pulver scheint es keinen eindeutigen Zusammenhang zu geben.

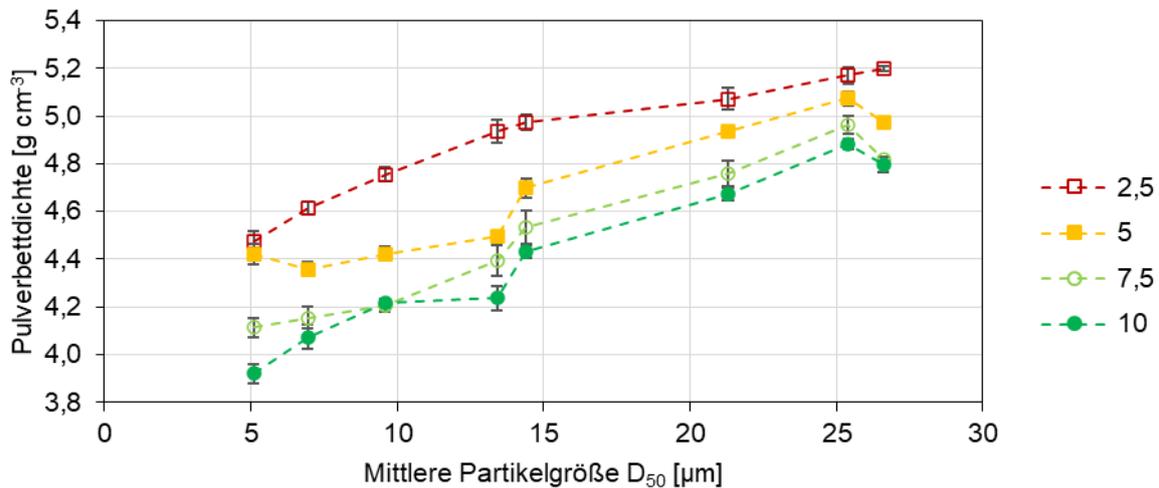


Abbildung 7-11: Pulverbettdichte der Schichtstärkenverhältnisse 2,5 – 10 in Abhängigkeit der mittleren Partikelgröße

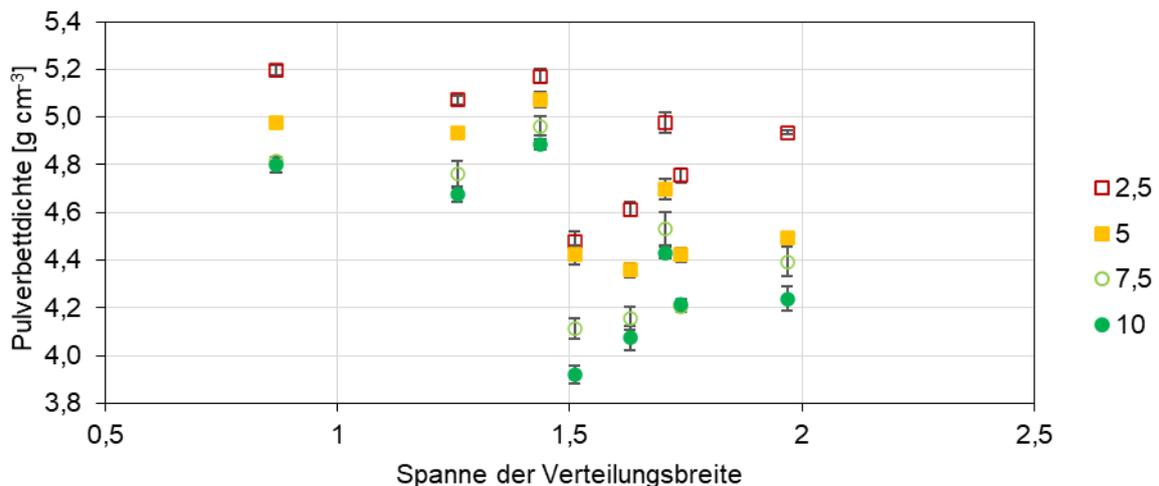


Abbildung 7-12: Pulverbettdichte der Schichtstärkenverhältnisse 2,5 – 10 in Abhängigkeit der Spanne der Verteilungsbreite

7.2.3 Grünteile

In Abbildung 7-13 und Abbildung 7-14 ist der Einfluss der Schichtstärke bzw. des Schichtstärkenverhältnisses auf die Grünteildichte für die verschiedenen Pulver dargestellt. Die Grünteildichte nimmt mit zunehmender Schichtstärke bei Pulver mit D_{50} von 14 μm ab. Die stärkste Abnahme der Grünteildichte mit zunehmender Schichtstärke ist bei den feinsten Pulvern mit D_{50} von 5 und 7 μm zu beobachten. Bei Pulvern mit D_{50} von 21 μm ist nur eine

geringe Abnahme der Grünteildichte zu beobachten, während die Grünteildichte bei den beiden größten Pulvern mit zunehmender Schichtstärke steigt.

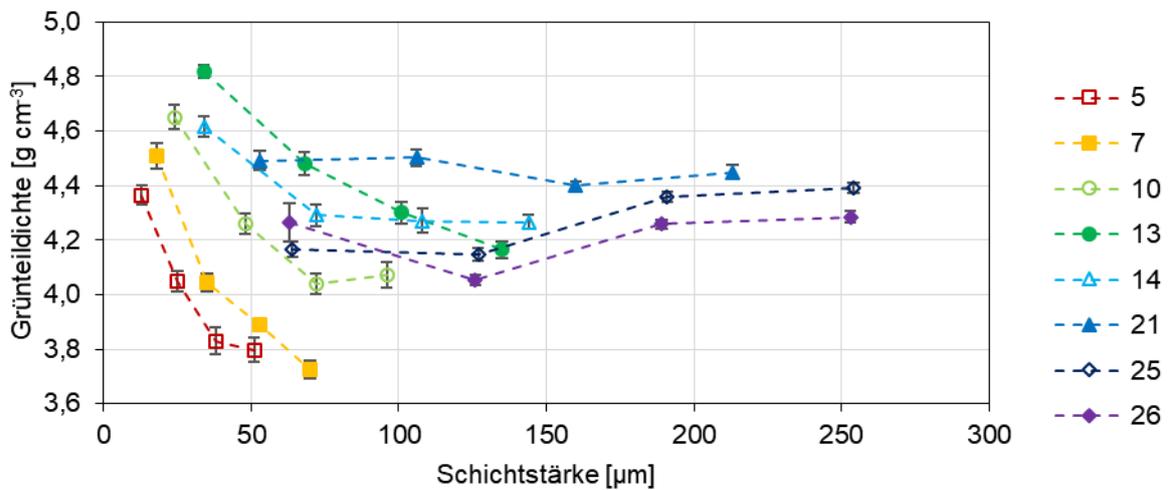


Abbildung 7-13: Grünteildichte der Pulver mit 5 – 26 μm mittlerer Partikelgröße D_{50} in Abhängigkeit der Schichtstärke

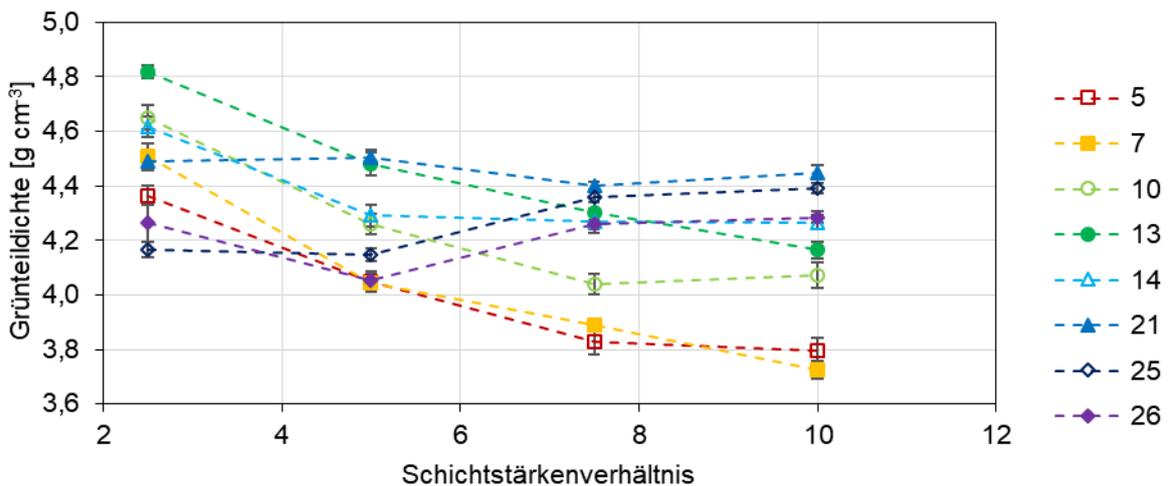


Abbildung 7-14: Grünteildichte der Pulver mit 5 – 26 μm mittlerer Partikelgröße D_{50} in Abhängigkeit des Schichtstärkenverhältnisses

Die Ergebnisse in Abbildung 7-15 zeigen, dass die Grünteildichte bei den feinen Pulvern am niedrigsten ist und mit zunehmender mittlerer Partikelgröße D_{50} bis 13 μm ansteigt. Bei einem weiteren Anstieg der mittleren Partikelgröße nimmt die Grünteildichte wieder ab. Zwischen der in Abbildung 7-16 dargestellten Grünteildichten und der Verteilungsbreite der Pulver scheint es keinen eindeutigen Zusammenhang zu geben. Bilder der Grünteile sind in Abbildung A-1 im Anhang gezeigt.

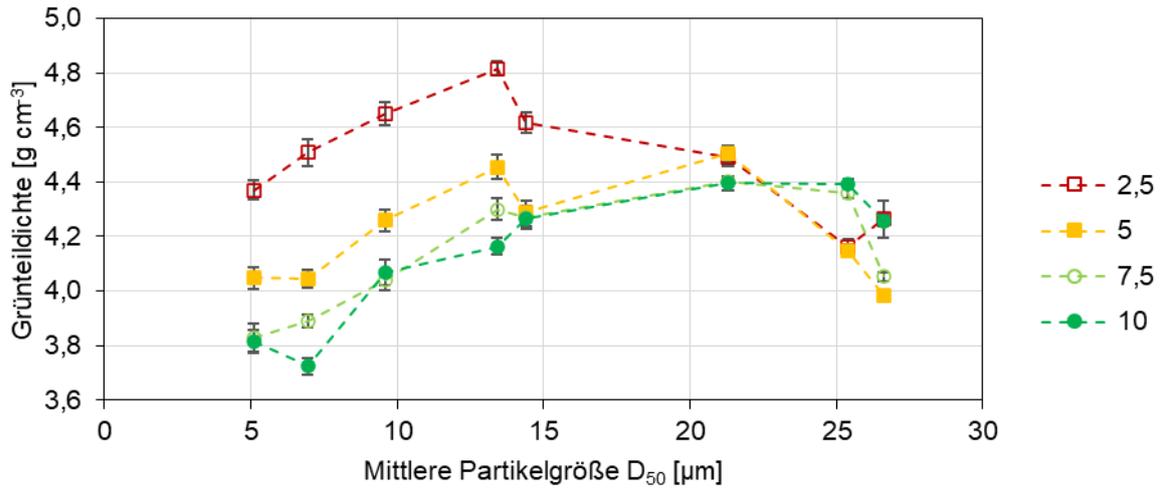


Abbildung 7-15: Grün-teildichte der Schichtstärkenverhältnisse 2,5 – 10 in Abhängigkeit der mittleren Partikelgröße

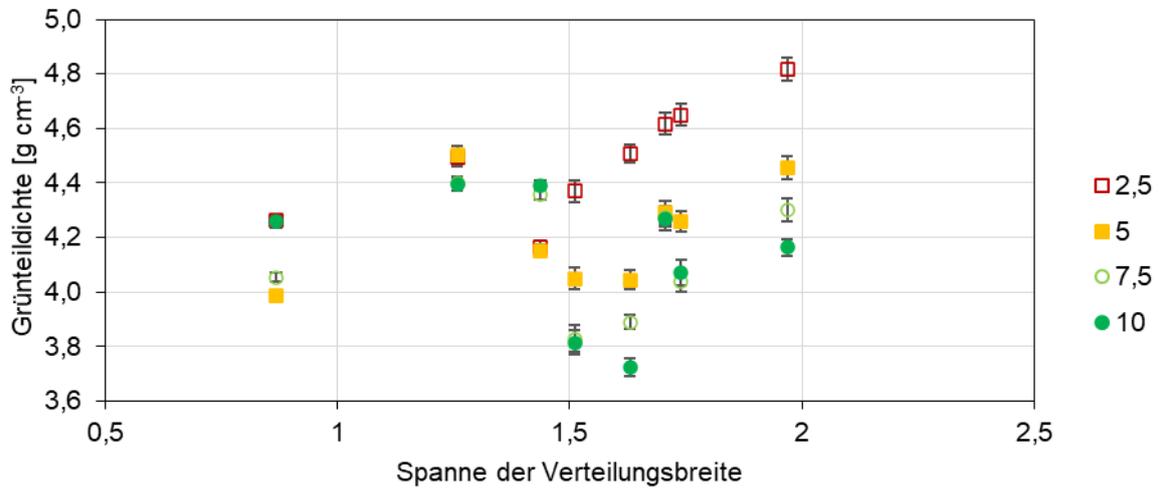


Abbildung 7-16: Grün-teildichte der Schichtstärkenverhältnisse 2,5 – 10 in Abhängigkeit der Spanne der Verteilungsbreite

7.2.3.1 Beziehung zwischen Pulverbett- und Grün-teildichte

Abbildung 7-17 zeigt den Einfluss der Schichtstärke auf die Differenz der Pulverbett- und Grün-teildichte für die verschiedenen Pulver. In Abbildung 7-18 ist diese Differenz in Abhängigkeit des Schichtstärkenverhältnisses dargestellt. Die Ergebnisse zeigen ebenfalls unterschiedliche Trends in Abhängigkeit der Partikelgröße (Abbildung 7-19). Bei den beiden feinen Pulvern mit D_{50} von 5 und 7 μm steigt die Differenz bis zu einem mittleren Schichtstärkenverhältnis, bevor sie wieder abfällt. Bei den Pulvern mit D_{50} von 10 und 13 μm ist die Differenz mit Ausnahme der 51 μm Schichtstärke insgesamt deutlich niedriger und weist einen fast konstanten Wert auf. Bei den Partikelgrößen darüber nimmt die Differenz mit zunehmender Schichtstärke ab. Für die beiden größten Pulver ist die Differenz mit Abstand am höchsten.

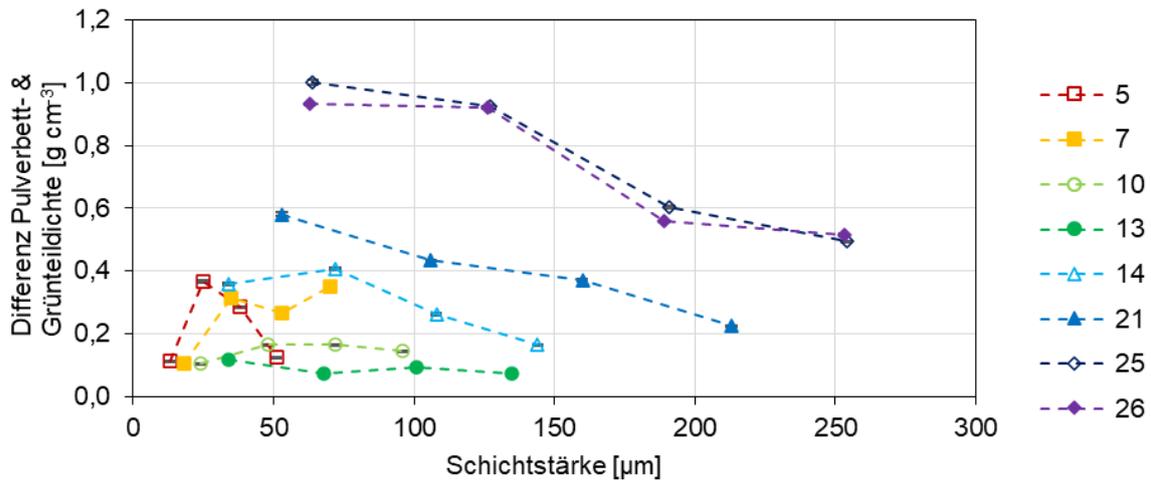


Abbildung 7-17: Differenz der Pulverbett- und Grünteildichte der Pulver mit 5 – 26 μm mittlerer Partikelgröße D_{50} in Abhängigkeit der Schichtstärke

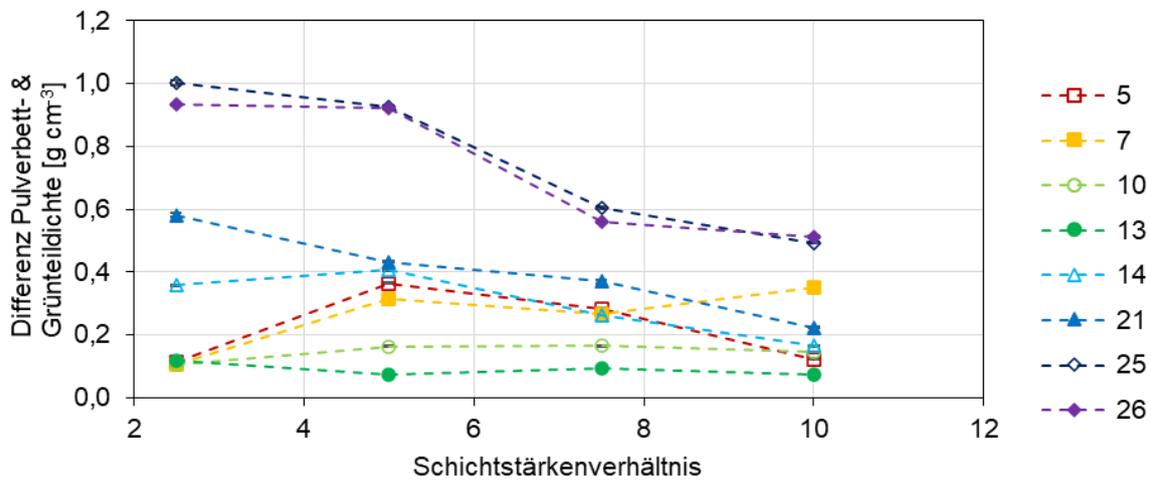


Abbildung 7-18: Differenz der Pulverbett- und Grünteildichte der Pulver mit 5 – 26 μm mittlerer Partikelgröße D_{50} in Abhängigkeit des Schichtstärkenverhältnisses

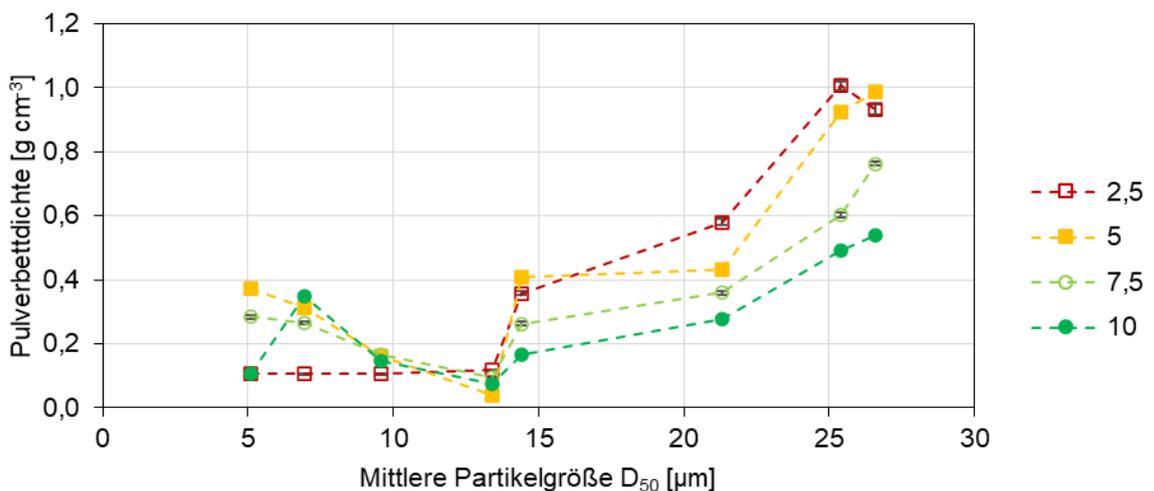


Abbildung 7-19: Differenz der Pulverbett- und Grünteildichte der Schichtstärkenverhältnisse 2,5 – 10 in Abhängigkeit der mittleren Partikelgröße

7.2.4 Sinterteile

Abbildung 7-20 bis Abbildung 7-25 zeigen den Einfluss der Schichtstärke beziehungsweise der Schichtstärkenverhältnisse auf die Sinterdichte für die verschiedenen Pulver bei unterschiedlichen Sinter Temperaturen. In Abbildung 7-20 und Abbildung 7-21 sind die Sinterdichten aller Pulver bei 1350 °C dargestellt. Im unteren Teil der Abbildung sind die drei größten Pulver dargestellt, sie zeigen eine deutlich niedrigere Sinterdichte als die feineren Pulver. Darüber hinaus nimmt die Sinterdichte der drei größten Pulver mit höherer Schichtstärke und Schichtstärkenverhältnis tendenziell zu. Im oberen Teil der Abbildung sind die feineren Pulver dargestellt. Sie besitzen insgesamt eine deutlich höhere Dichte. Die höchsten Dichten werden mit den mittleren Pulvergrößen D_{50} zwischen 10 und 14 μm bei den niedrigen Schichtstärken und Schichtstärkenverhältnissen erreicht. Die meisten Trends sowohl zwischen den Pulvern als auch innerhalb der gleichen Pulverfraktion bewegen sich innerhalb der Standardabweichung. Bilder der bei 1350 °C gesinterten Proben sind in Abbildung A-2 dargestellt.

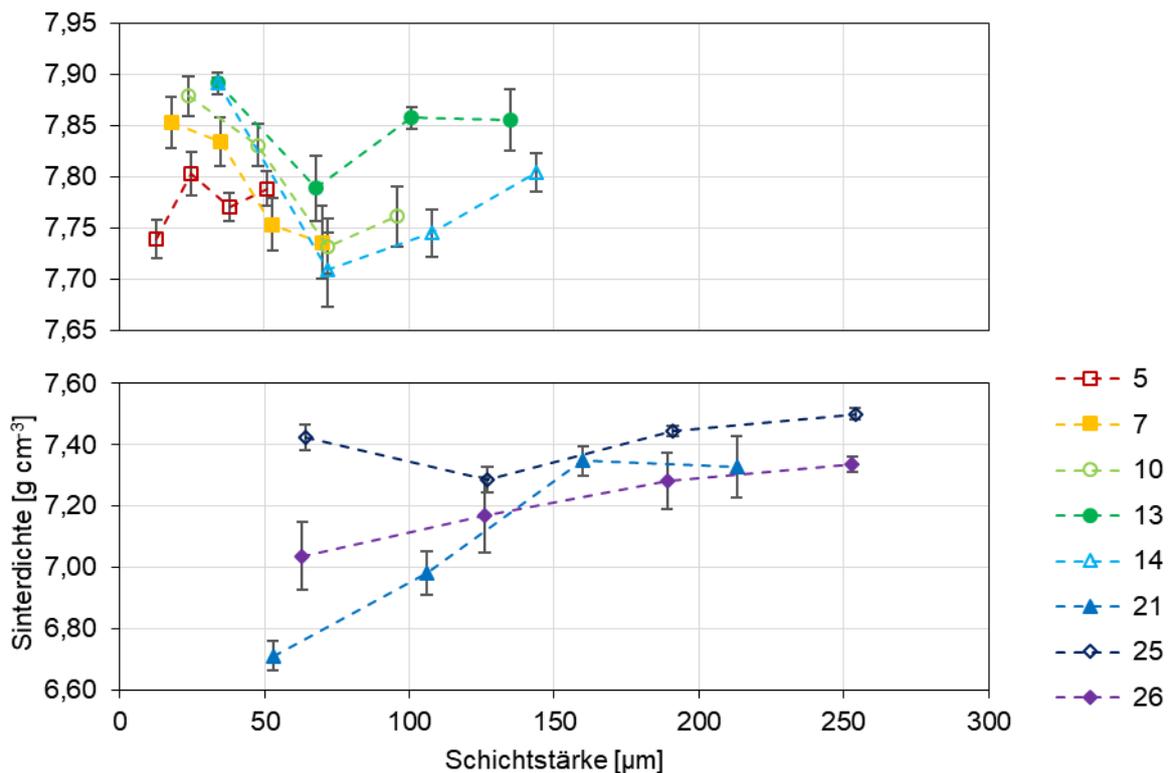


Abbildung 7-20: Sinterdichte der Pulver mit 5 – 26 μm mittlerer Partikelgröße D_{50} bei 1350 °C in Abhängigkeit der Schichtstärke

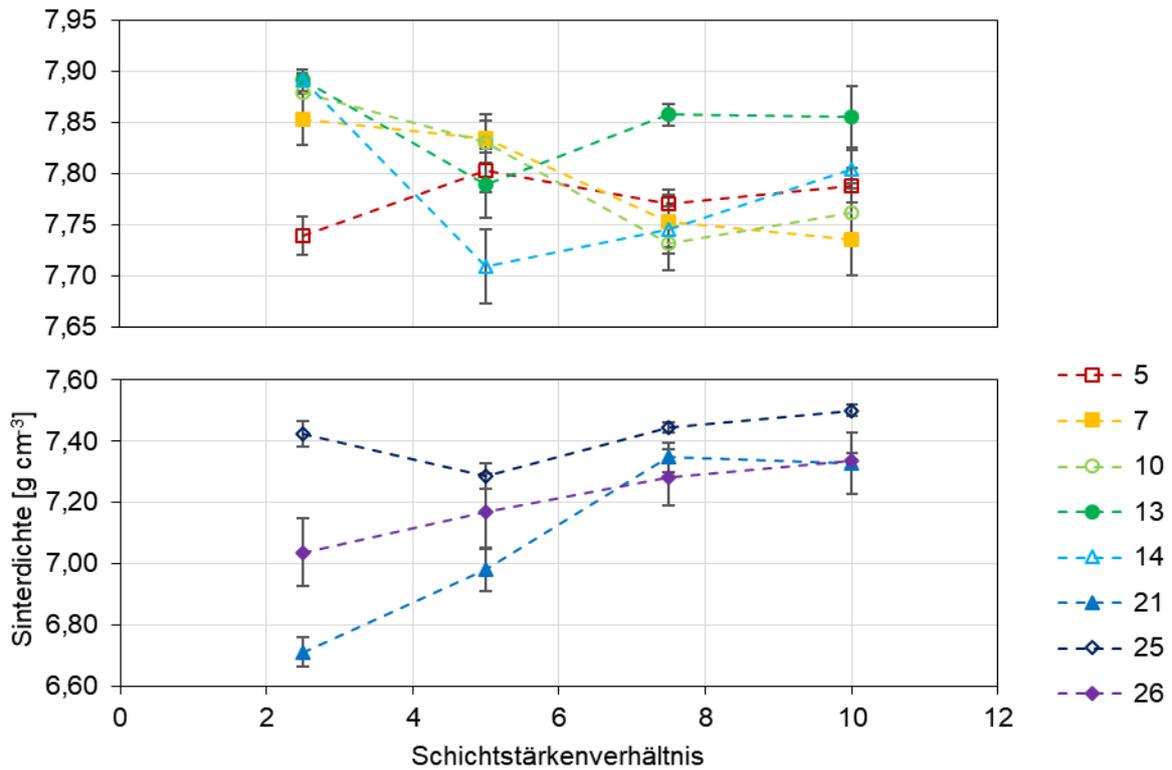


Abbildung 7-21: Sinterdichte der Pulver mit 5 – 26 μm mittlerer Partikelgröße D₅₀ bei 1350 °C in Abhängigkeit des Schichtstärkenverhältnisses

Abbildung 7-22 und Abbildung 7-23 zeigen die Sinterdichte der fünf feinsten Pulver bei 1300 °C. Die Sinterdichte fällt mit zunehmender Schichtstärke beziehungsweise zunehmendem Schichtstärkenverhältnis in der Regel ab. Lediglich bei Pulver mit D₅₀ von 5 und 10 μm weist das SSV von 10 eine höhere Sinterdichte auf als beim SSV von 7,5. Bei Pulver mit D₅₀ von 14 μm ist kein eindeutiger Trend zu erkennen. Das 14 μm Pulver besitzt zudem insgesamt die niedrigste Dichte. Die anderen vier Pulver kommen bei ihren niedrigsten Schichtstärken bzw. Schichtstärkenverhältnissen auf ähnlich hohe Sinterdichten. Bei den höchsten Schichtstärken bzw. Schichtstärkenverhältnissen der Pulver zeigen die Pulver mit niedrigerer Partikelgröße eine höhere Dichte.

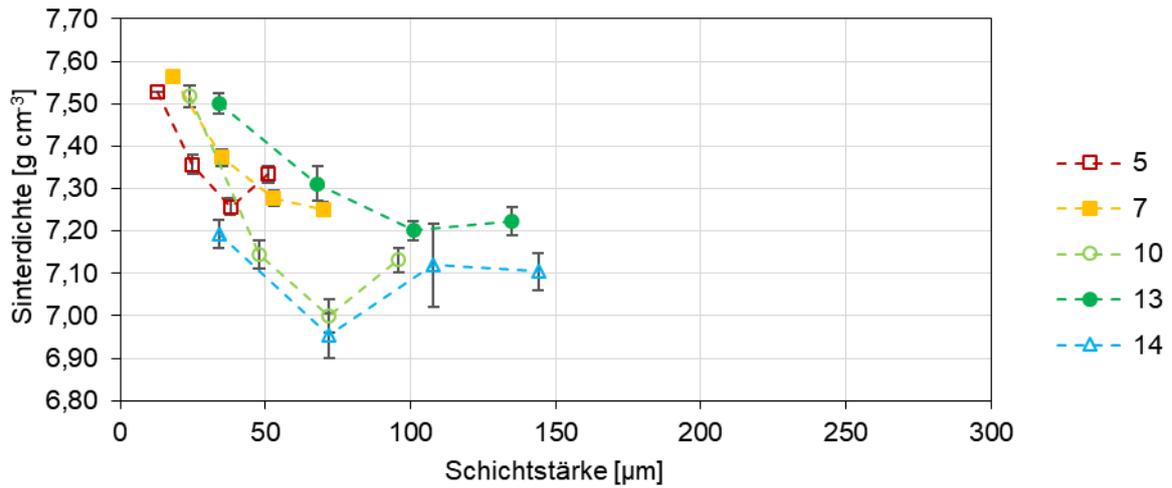


Abbildung 7-22: Sinterdichte der Pulver mit 5 – 14 μm mittlerer Partikelgröße D₅₀ bei 1300 °C in Abhängigkeit der Schichtstärke

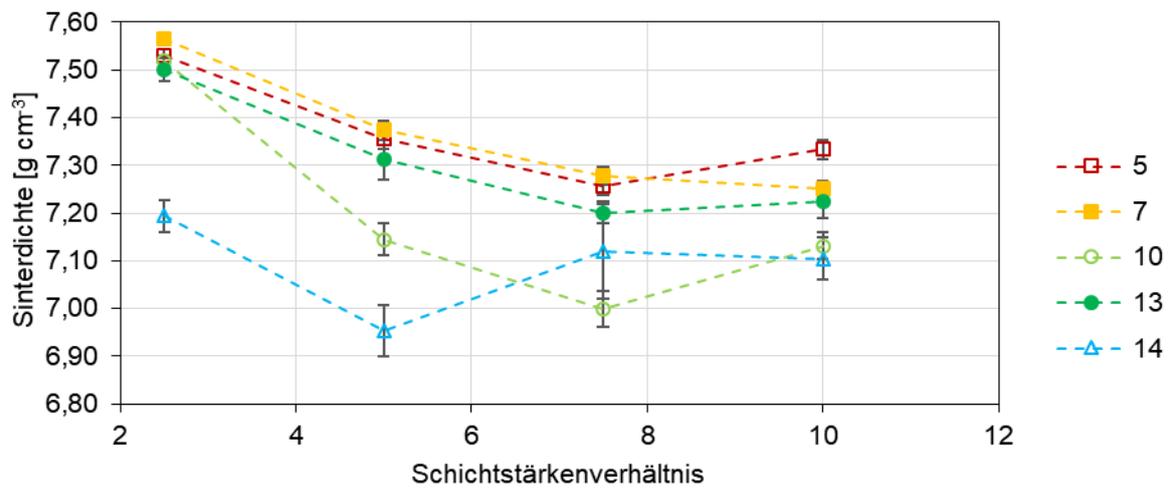


Abbildung 7-23: Sinterdichte der Pulver mit 5 – 14 μm mittlerer Partikelgröße D₅₀ bei 1300 °C in Abhängigkeit des Schichtstärkenverhältnisses

Abbildung 7-24 und Abbildung 7-25 zeigen die Sinterdichte für die drei größten Pulver bei 1380 °C Sintertemperatur. Die Pulver mit D_{50} von 25 und 26 μm erreichen durchgehend eine hohe Sinterdichte, die mit höherer Schichtstärke bzw. höherem Schichtstärkenverhältnis leicht zunimmt. Das 21 μm Pulver erreicht eine deutlich niedrigere Dichte. Eine Abhängigkeit der Sinterdichte von den Schichtstärken bzw. Schichtstärkenverhältnissen ist nicht zu erkennen.

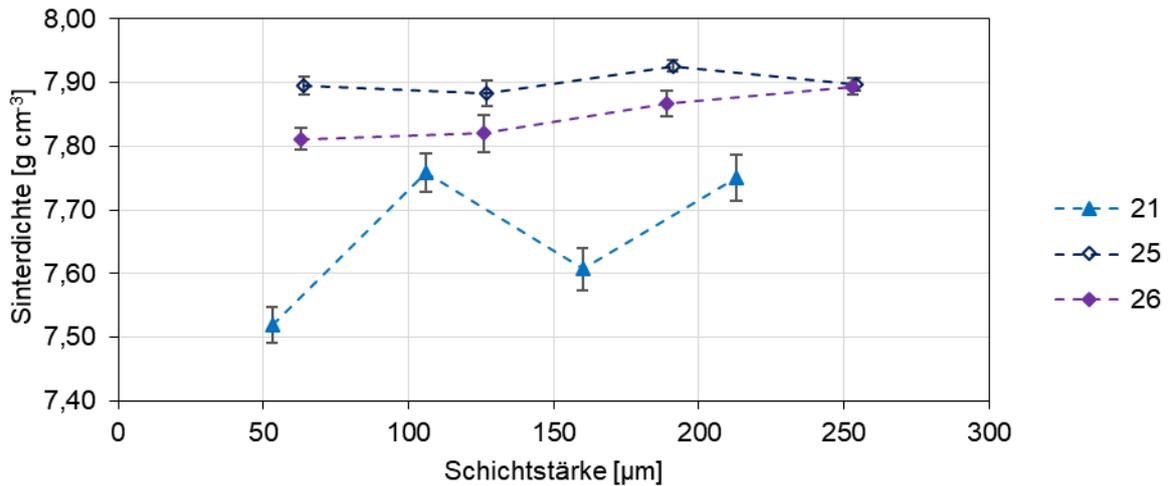


Abbildung 7-24: Sinterdichte der Pulver mit 21 – 26 μm mittlerer Partikelgröße D_{50} bei 1380 °C in Abhängigkeit der Schichtstärke

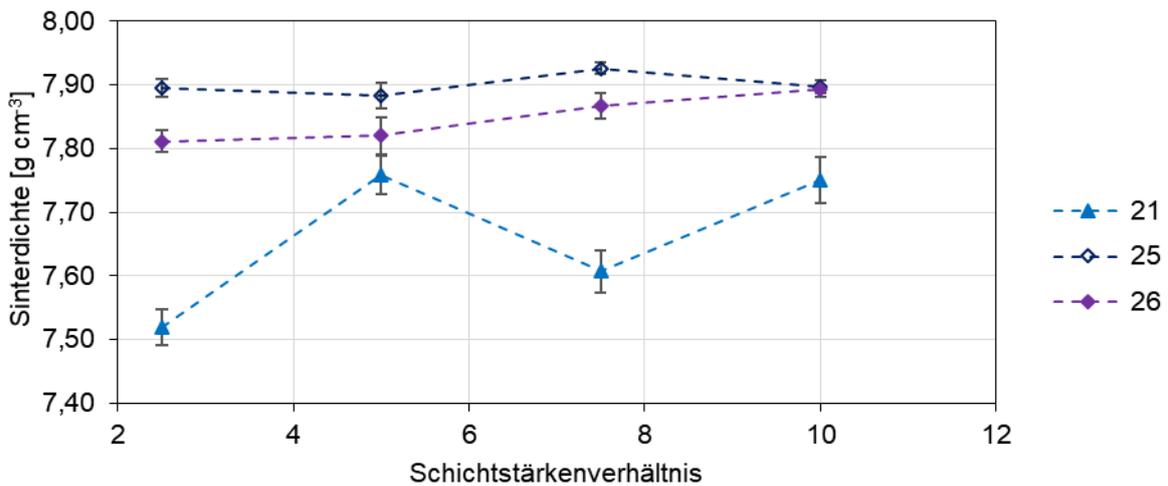


Abbildung 7-25: Sinterdichte der Pulver mit 21 – 26 μm mittlerer Partikelgröße D_{50} bei 1380 °C in Abhängigkeit des Schichtstärkenverhältnisses

7.2.4.1 Beziehung zwischen Grünteil- und Sinterdichte

Abbildung 7-26 bis Abbildung 7-28 zeigen die Beziehung zwischen der Grünteildichte und der Sinterdichte für die verschiedenen Pulver bei unterschiedlichen Temperaturen. In Abbildung 7-26 ist diese Beziehung für alle Pulver bei 1350 °C Sintertemperatur dargestellt. Im unteren Teil der Abbildung sind die drei größten Pulver dargestellt. Bei den Pulvern mit D_{50} von 25 und 26 μm nimmt die Sinterdichte mit der Grünteildichte zu. Beim 21 μm Pulver ist keine direkte Abhängigkeit ersichtlich. Im oberen Teil der Abbildung zeigt sich für die feinen Pulver, dass die Sinterdichte, abgesehen von Pulver mit D_{50} von 5 μm , bei allen weiteren Partikelgrößen mit steigender Grünteildichte tendenziell zunimmt. Beim Pulver mit D_{50} von 7 μm nimmt die Sinterdichte bis zu einer Grünteildichte von ca. 4,1 g cm^{-3} zu. Bei einer weiteren Erhöhung der Grünteildichte steigt die Sinterdichte nicht weiter an. Beim Pulver 10 steigt die Sinterdichte kontinuierlich mit höherer Grünteildichte. Das Pulver mit D_{50} von 13 μm weist mit einer Ausnahme bei ca. 4,5 g cm^{-3} Grünteildichte unabhängig von der Grünteildichte eine konstant hohe Sinterdichte auf. Bei Pulver mit D_{50} von 14 μm nimmt die Sinterdichte mit steigender Grünteildichte ebenfalls tendenziell zu. Darüber hinaus zeigt sich, dass hohe Sinterdichten bei feineren Pulvern mit geringeren Grünteildichten erreicht werden.

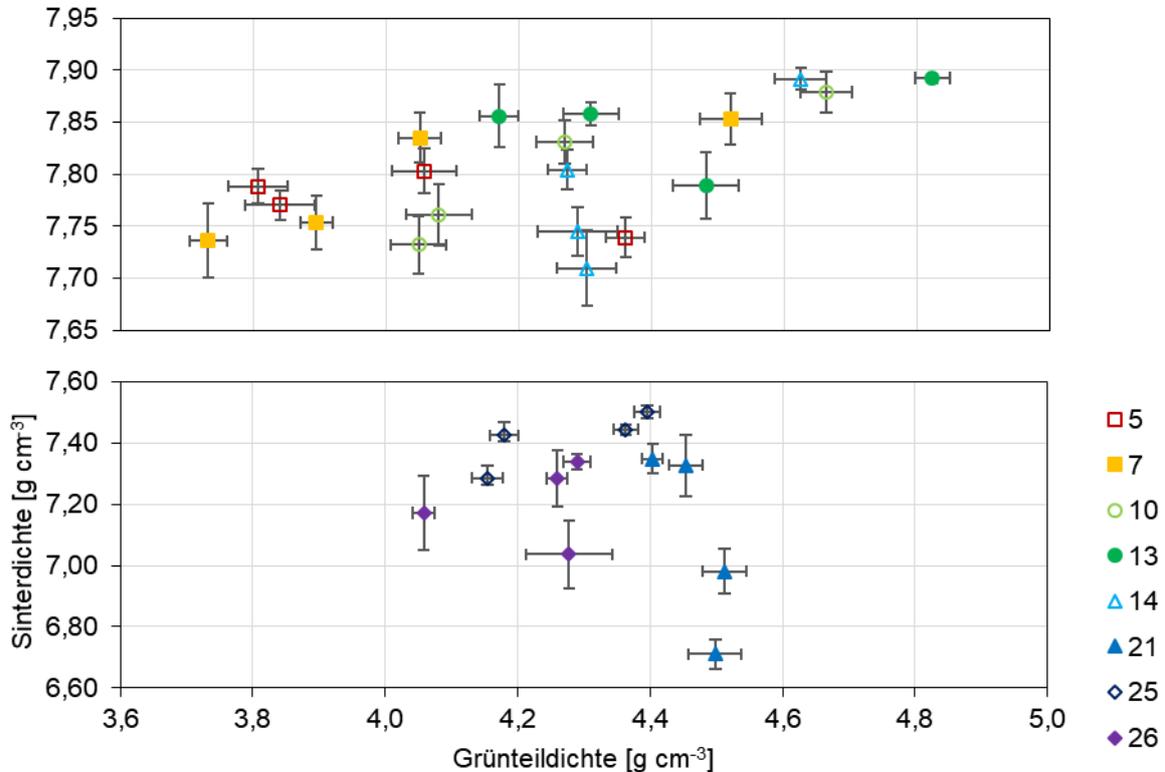


Abbildung 7-26: Beziehung zwischen Grünteil- und Sinterdichte bei 1350 °C für die Pulver mit 5 – 26 μm mittlerer Partikelgröße D_{50}

Abbildung 7-27 zeigt die Beziehung zwischen der Grünteildichte und der Sinterdichte für die fünf feinsten Pulver bei einer Sintertemperatur von 1300 °C. Abgesehen von Pulver 14 steigen die Sinterdichten mit höheren Grünteildichten. Die Steigung fällt flacher aus, je feiner das Pulver ist. Bei Pulver mit D_{50} von 14 μm ist kein eindeutiger Trend zu beobachten.

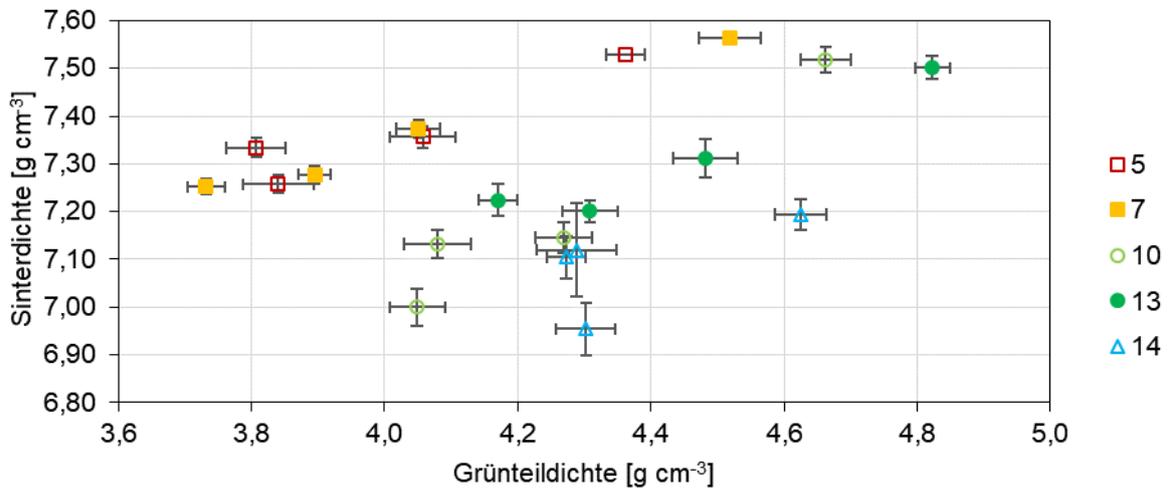


Abbildung 7-27: Beziehung zwischen Grünteil- und Sinterdichte bei 1300 °C für die Pulver mit 5 – 26 μm mittlerer Partikelgröße D_{50}

Abbildung 7-28 zeigt die Beziehung zwischen der Grünteildichte und der Sinterdichte für die drei größten Pulver bei einer Sintertemperatur von 1380 °C. Die Pulver mit D_{50} von 25 und 26 μm erreichen durchgehend eine hohe Sinterdichte, die mit höherer Grünteildichte leicht zunimmt. Das 21 μm Pulver zeigt tendenziell eine Zunahme der Sinterdichte mit höherer Sinterdichte.

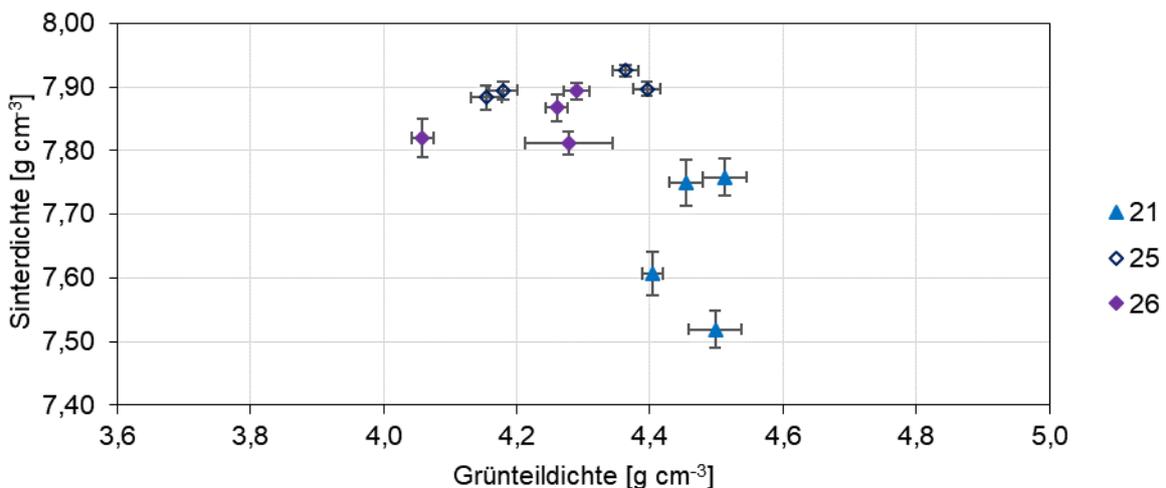


Abbildung 7-28: Beziehung zwischen Grünteil- und Sinterdichte bei 1380 °C für die Pulver mit 5 – 26 μm mittlerer Partikelgröße D_{50}

7.2.5 Schwindung

In Abbildung 7-29 ist der Einfluss der Partikelgröße auf das Schwindungsverhalten bei 1350 °C dargestellt. Die Messwerte sind dabei über alle Schichtstärkenverhältnisse gemittelt, was für alle folgenden Abbildungen gilt, bei denen die Messwerte über die Partikelgröße aufgetragen sind. Bei allen Partikelgrößen fällt die Schwindung in Z-Richtung größer aus als in X- oder Y-Richtung. Die Schwindung nimmt mit zunehmender Partikelgröße ab. Lediglich das Pulver 21 folgt nicht diesem Trend und weist die geringste Schwindung auf.

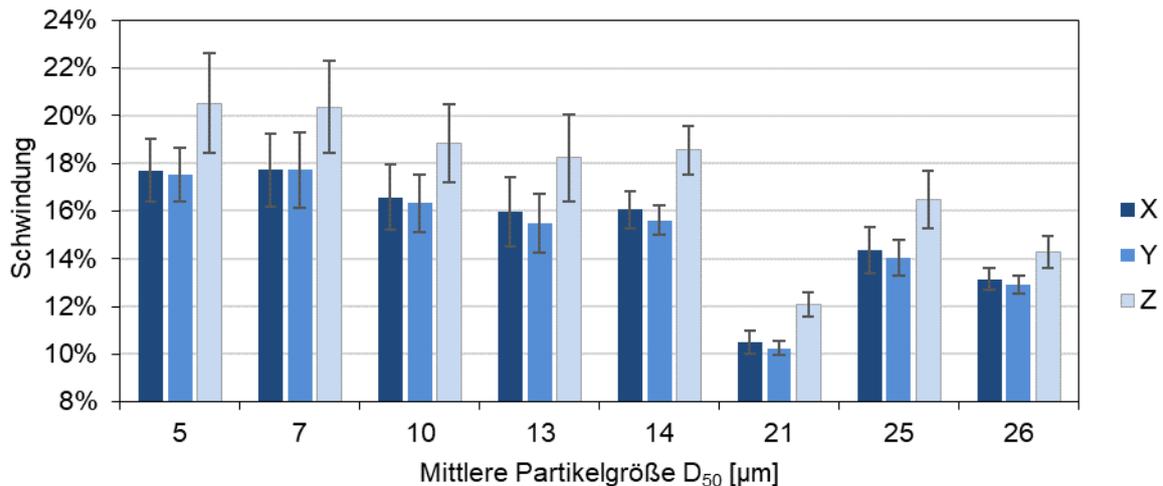


Abbildung 7-29: Einfluss der Partikelgröße auf das Schwindungsverhalten bei einer Sinteremperatur von 1350 °C. Die Werte sind über alle Schichtstärkenverhältnisse gemittelt.

Abbildung 7-30 zeigt den Einfluss der Partikelgröße auf das Schwindungsverhalten für die Partikelgrößenverteilungen von 5 bis 14 μm bei 1300 °C und die Partikelgrößenverteilungen von 21 bis 26 μm bei 1380 °C. Bei den Partikelgrößenverteilungen von 5 bis 14 μm nimmt die Schwindung mit zunehmender Partikelgröße ebenfalls ab. Im Vergleich zur Sinteremperatur von 1350 °C fallen die Unterschiede der Schwindungen zwischen dem größten und feinsten der Pulver bei 1300 °C höher aus. Bei den Partikelgrößenverteilungen von 21 bis 26 μm weist die Schwindung bei 1380 °C für die beiden groben Pulver ähnliche Werte auf. Die Schwindung des Pulvers mit D_{50} von 21 μm ist geringer. Vergleichen mit 1350 °C Sinteremperatur fällt die Schwindung bei 1380 °C bei allen Pulvern größer aus.

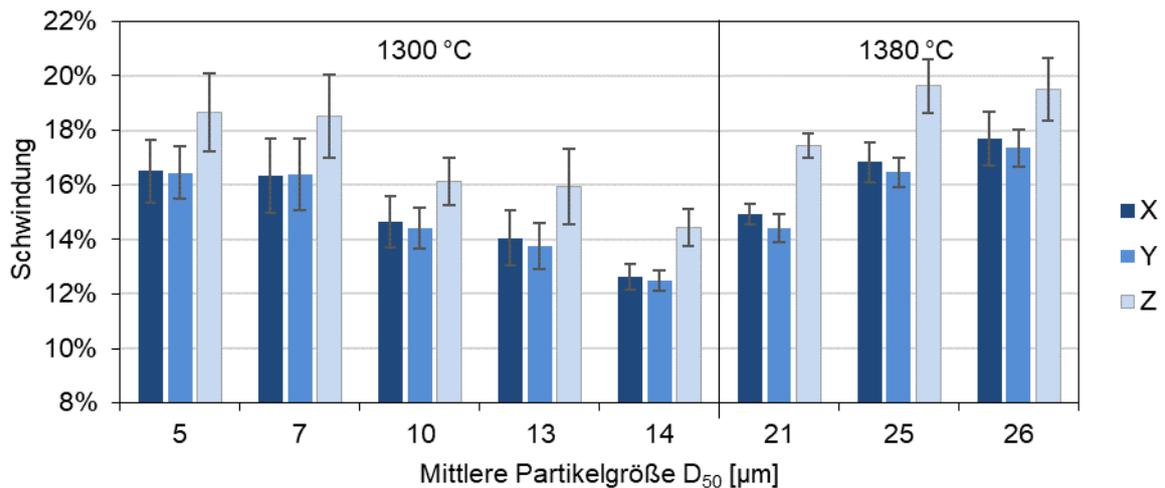


Abbildung 7-30: Einfluss der Partikelgröße auf das Schwindungsverhalten für die Partikelgrößenverteilungen von 5 bis 14 µm bei einer Sintertemperatur von 1300 °C und die Partikelgrößenverteilungen von 21 bis 26 µm bei einer Sintertemperatur von 1380 °C. Die Werte sind über alle Schichtstärkenverhältnisse gemittelt.

Der Einfluss des Schichtstärkenverhältnisses auf das Schwindungsverhalten der Proben ist für die Partikelgrößenverteilungen von 5 bis 14 µm in Abbildung 7-31 dargestellt. Die Messwerte sind dabei über die genannten Partikelgrößenverteilungen gemittelt, was für alle folgenden Abbildungen gilt, bei denen die Messwerte über die Schichtstärkenverhältnisse aufgetragen sind. Die Schwindungen nehmen bei beiden Sintertemperaturen mit größerem Schichtstärkenverhältnis zu, ebenso wie mit der Sintertemperatur.

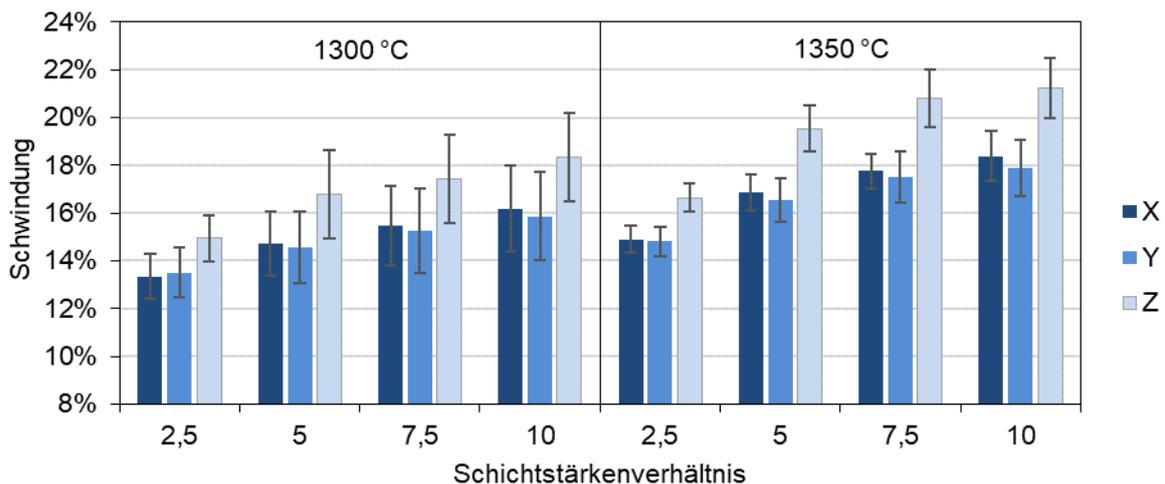


Abbildung 7-31: Einfluss des Schichtstärkenverhältnisses auf die Schwindung bei einer Sintertemperatur von 1300 und 1350 °C. Die Werte sind über die Partikelgrößenverteilungen von 5 bis 14 µm gemittelt.

Für die Partikelgrößenverteilungen von 21 bis 26 µm ist der Einfluss des Schichtstärkenverhältnisses auf das Schwindungsverhalten der Proben in Abbildung 7-32 dargestellt. Die Schwindungen weisen bei 1350 °C unabhängig vom Schichtstärkenverhältnis einen ähnli-

chen Wert für die einzelnen Raumrichtungen auf. Bei 1380 °C zeigt das Schichtstärkenverhältnis 5 höhere Werte. Darüber hinaus ist die Schwindung bei 1350 °C insgesamt niedriger, die Standardabweichung fällt hingegen größer aus.

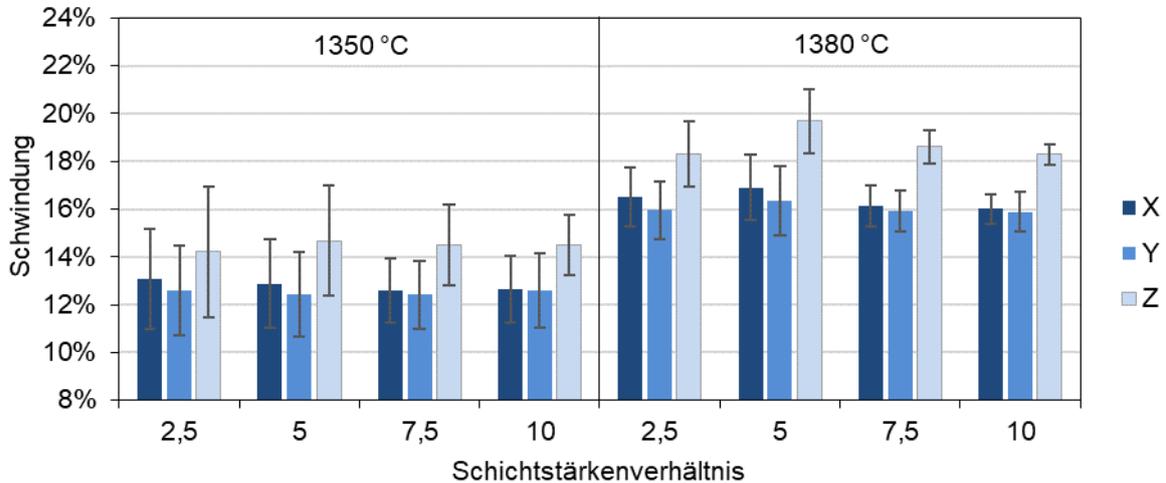


Abbildung 7-32: Einfluss des Schichtstärkenverhältnisses auf die Schwindung bei einer Sinter-temperatur von 1350 und 1380 °C. Die Werte sind über die Partikelgrößenverteilungen von 21 bis 26 µm gemittelt.

7.2.5.1 Anisotropie der Schwindung

Weiterhin wurde die Schwindung gemäß Kapitel 4.4.4 normiert, um den Beitrag einer Richtung zum Schwindungsverhalten und damit die Anisotropie der Schwindung zu ermitteln. In Abbildung 7-33 ist Einfluss der Partikelgröße auf die Anisotropie des Schwindungsverhaltens bei 1350 °C dargestellt. Die Messwerte sind dabei über alle Schichtstärkenverhältnisse gemittelt, was für alle folgenden Abbildungen gilt, bei denen die Messwerte über die Partikelgröße aufgetragen sind. Analog zu den Schwindungswerten fällt auch der Beitrag der Z-Richtung zur Schwindung bei allen Untersuchungen am höchsten aus. Für die verschiedenen Partikelgrößen ist der Anteil in Z-Richtung bis auf das 26 µm Pulver weitestgehend gleich. Während der Anteil in Y- und X-Richtung bei den feinen Pulvern 5 und 7 µm gleich ist, ist der Anteil der X-Richtung bei allen gröberen Pulvern etwas höher.

Für die Partikelgrößenverteilungen von 5 bis 14 µm bei 1300 °C und die Partikelgrößenverteilungen von 21 bis 26 µm bei 1380 °C ist der Einfluss der Partikelgröße auf die Anisotropie des Schwindungsverhaltens in Abbildung 7-34 dargestellt. Bei den Partikelgrößenverteilungen von 5 bis 14 µm ist die Anisotropie des Schwindungsverhaltens weitestgehend konstant. Lediglich das 10 µm Pulver zeigt ein isotropes Schwindungsverhalten. Im Vergleich zur Sinter-temperatur von 1350 °C ist das Schwindungsverhalten der Pulver bei 1300 °C isotroper. Bei den Partikelgrößenverteilungen von 21 bis 26 µm weist die Anisotropie des Schwindungsverhaltens bei 1380 °C für die Pulver mit D_{50} von 21 und 25 µm ähnliche Werte auf.

Wie bei 1350 °C auch zeigt das 26 µm Pulver ein isotroperes Schwindungsverhalten. Insgesamt fällt die Anisotropie des Schwindungsverhaltens bei 1350 °C etwas geringer aus.

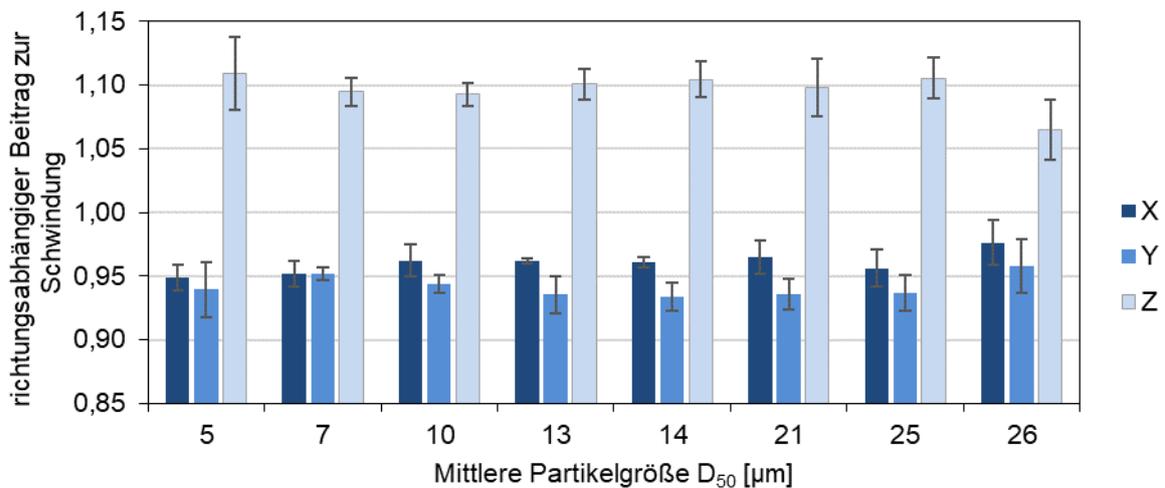


Abbildung 7-33: Einfluss der Partikelgröße auf die Anisotropie des Schwindungsverhaltens bei einer Sintertemperatur von 1350 °C. Die Werte sind über alle Schichtstärkenverhältnisse gemittelt.

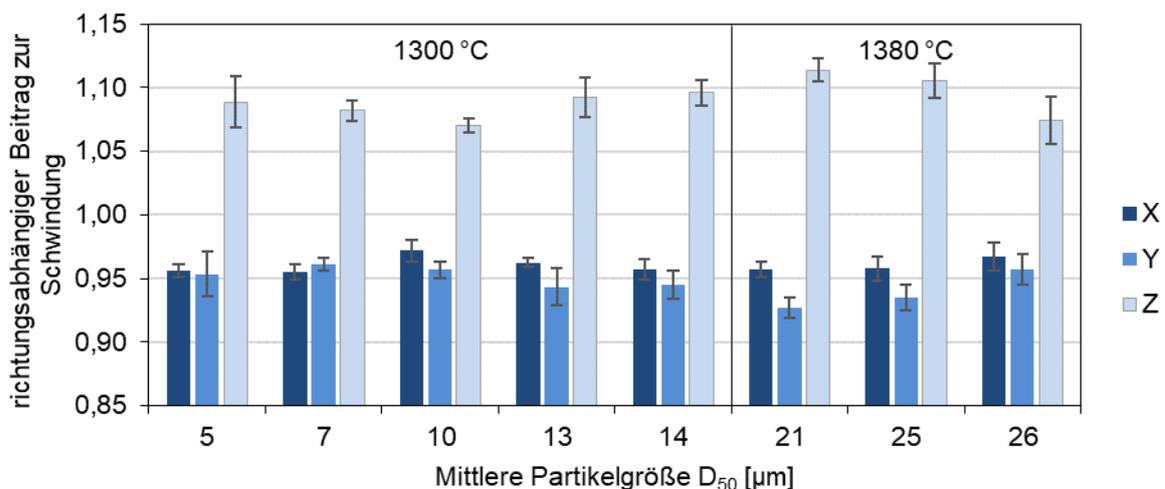


Abbildung 7-34: Einfluss der Partikelgröße auf die Anisotropie des Schwindungsverhaltens für die Partikelgrößenverteilungen von 5 bis 14 µm bei einer Sintertemperatur von 1300 °C und die Partikelgrößenverteilungen von 21 bis 26 µm bei einer Sintertemperatur von 1380 °C. Die Werte sind über alle Schichtstärkenverhältnisse gemittelt.

Der Einfluss des Schichtstärkenverhältnisses auf die Anisotropie des Schwindungsverhaltens ist für die Partikelgrößenverteilungen von 5 bis 14 µm in Abbildung 7-35 dargestellt. Die Werte sind dabei über die genannten Partikelgrößenverteilungen gemittelt, was für alle folgenden Abbildungen gilt, bei denen die Messwerte über die Schichtstärkenverhältnisse aufgetragen sind. Die Anisotropie der Schwindung nimmt bei beiden Sintertemperaturen mit größerem Schichtstärkenverhältnis leicht zu. Insbesondere der Unterschied in Y- und X-Richtung wird

mit zunehmendem Schichtstärkenverhältnis größer. Insgesamt fällt die Anisotropie des Schwindungsverhaltens bei 1300 °C geringer aus.

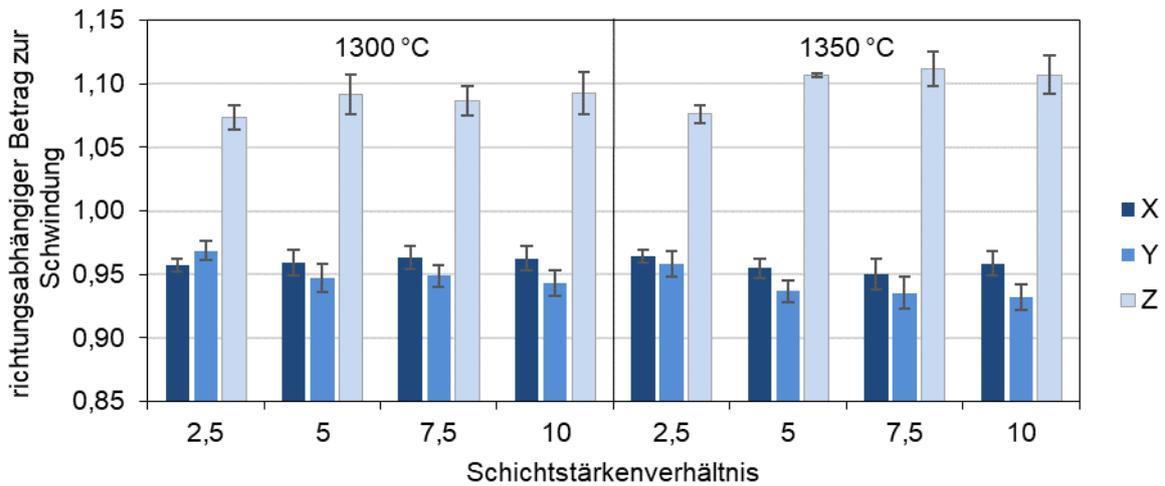


Abbildung 7-35: Einfluss des Schichtstärkenverhältnisses auf die Anisotropie des Schwindungsverhaltens bei einer Sintertemperatur von 1300 und 1350 °C. Die Werte sind über die Partikelgrößenverteilungen von 5 bis 14 µm gemittelt.

Für die Partikelgrößen von 21 bis 26 µm ist der Einfluss des Schichtstärkenverhältnisses auf die Anisotropie des Schwindungsverhaltens in Abbildung 7-36 dargestellt. Die Anisotropie der Schwindung nimmt bei beiden Sintertemperaturen bis zu einem Schichtstärkenverhältnis von 5 zu, bevor sie konstant bleibt. Der Unterschied in Y- und X-Richtung wird mit zunehmendem Schichtstärkenverhältnis tendenziell geringer. Insgesamt fällt die Anisotropie des Schwindungsverhaltens bei 1350 °C geringer aus.

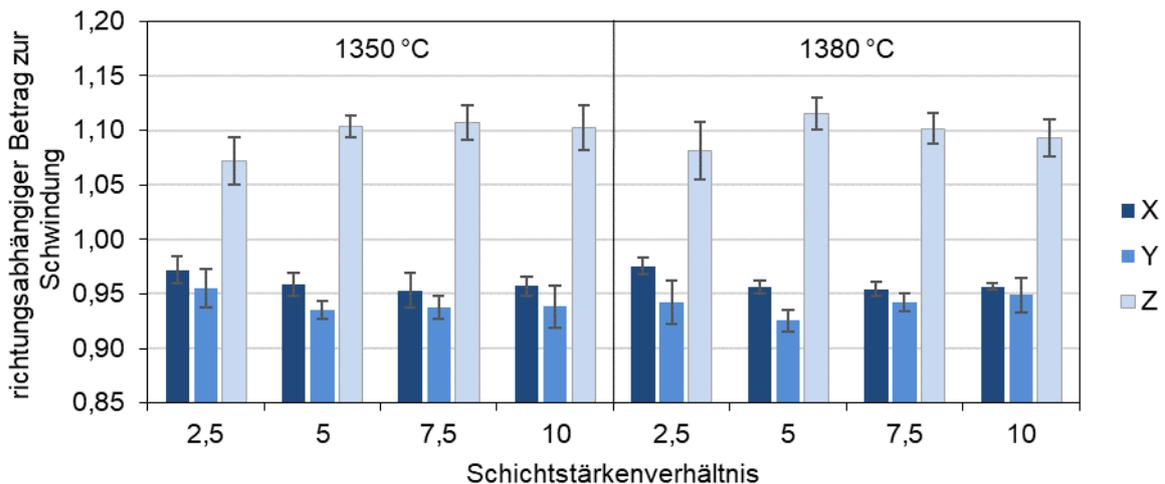


Abbildung 7-36: Einfluss des Schichtstärkenverhältnisses auf die Anisotropie des Schwindungsverhaltens bei einer Sintertemperatur von 1350 und 1380 °C. Die Werte sind über die Partikelgrößenverteilungen von 21 bis 26 µm gemittelt.

7.3 Diskussion Phase III

7.3.1 Pulver

Die in Kapitel 7.2.1 beschriebenen Ergebnisse zeigen, dass feinere Pulver eine höhere Kohäsivität besitzen. Diese Kohäsivität ist auf die höhere spezifische Oberfläche der Pulver und die größeren Van-der-Waals-Kräfte und elektrostatische Kräfte zurückzuführen. Die stärkere Agglomerationsneigung der feinen Pulver ist sowohl auf den REM-Aufnahmen zu beobachten als auch in gemessenen Pulvereigenschaften. Bei vergleichbarer Morphologie der Pulver nehmen bei den Packungseigenschaften die Schütt- und Klopfdichte mit niedrigerer mittlerer Partikelgröße ab. Ein Einfluss der Verteilungsbreite kann lediglich bei den beiden größten Pulvern beobachtet werden, wobei die schmalere Verteilungsbreite des Pulvers mit D_{50} von 26 μm zu geringeren Schütt- und Klopfdichten führt.

Die Fließeigenschaften der Pulver werden von der Kohäsivität der Pulver ebenfalls beeinflusst. Das mit vergleichsweise statischen Vorgängen ermittelte Hausner Ratio weist nur bei den drei größten Pulvern mit D_{50} von 21, 25 und 26 μm ein Hausner Ratio von unter 1,25 auf, die somit als frei fließend bezeichnet werden können. Die weiteren Pulver liegen bei einem Wert von über 1,4 (bzw. 1,39 bei Pulver mit D_{50} von 14 μm) und werden somit als kohäsiv bezeichnet. Der große Abstand zwischen den Hausner Ratios ist auf den niedrigeren Feinanteil und die daraus ebenfalls resultierenden schmaleren Verteilungsbreiten zurückzuführen. Auch die mit höherer Dynamik ermittelten Kennwerte für Fließfähigkeiten, wie der Schüttwinkel, zeigen mit feineren Partikeln höhere Werte. Wie beim Hausner Ratio ist auch hier ein Abstand zwischen den groben Pulvern mit D_{50} von 21 bis 26 μm (Schüttwinkel zwischen 22 und 30 °) und den feinen Pulvern mit D_{50} von 5 bis 14 μm (Schüttwinkel zwischen 41 und 50 °) zu beobachten. Bei der Charakterisierung mittels rotierender Trommel besitzen die feineren Pulver ebenfalls niedrigere Fließfähigkeiten, jedoch ist hier kein Abstand zwischen den groben und feinen Pulvern erkennbar. Insgesamt liegen die Messwerte der unterschiedlichen Pulver näher beieinander als bei den anderen Verfahren. Die hohen Messwerte des Pulvers mit D_{50} von 5 μm beim Lawinenwinkel und der Lawinenenergie können auf einen Messfehler des Verfahrens zurückzuführen sein, da dessen hoher Feinanteil zu Anhaftungen des Pulvers an den Scheiben der Trommel führt und die Aufnahmen der Lawinen so fehlerhaft sind.

Die ermittelten Pulvereigenschaften unterscheiden sich maßgeblich durch die Partikelgröße der Pulver. Mit geringerer mittlerer Partikelgröße nehmen die Packungs- und Fließeigenschaften der Pulver ab. Die ermittelten Fließfähigkeiten der Pulver unterscheiden sich nach Messverfahren und dem aufgebrachten Spannungszustand. Die Ergebnisse decken sich mit

den Erkenntnissen der Literatur sowohl zu den Fließeigenschaften und der Fließfähigkeit [55], als auch zu den Packungseigenschaften [39].

7.3.2 Pulverbett

Die in Kapitel 7.2.2 beschriebenen Ergebnisse zeigen, dass die Pulverbettdichte mit größerer Schichtstärke und kleinerer mittlerer Partikelgröße abnimmt. Die Ergebnisse decken sich mit den Erkenntnissen aus der Literatur. Der Einfluss der Schichtstärke ist darauf zurückzuführen, dass die Verdichtungskraft auf weniger Partikel wirkt, was zu einer höheren Kraft pro Partikel führt [91]. Die Abnahme der Pulverbettdichte mit geringerer Partikelgröße ist auf die größere Kohäsivität feinerer Pulver zurückzuführen, wie bereits im vorangegangenen Absatz diskutiert.

Beziehung zwischen den Pulvereigenschaften und der Pulverbettdichte

In Abbildung 7-37 sind die Pulverbettdichten der unterschiedlichen Schichtstärkenverhältnisse in die Klopff- und Schüttdichten der Pulver eingeordnet. Beim Vergleich der Pulverbettdichte mit der Schütt- und Klopfdichte der Pulver zeigt sich, dass während des weggesteuerten Pulverauftrags Kräfte auf das Pulverbett ausgeübt werden, da die Pulverbettdichte beim niedrigsten Schichtstärkenverhältnis 2,5 bei allen Pulvern höher ist als die Klopfdichte. Insbesondere beim Pulver mit D_{50} von 5 μm können die wirkenden Kräfte des Pulverauftrags die hohen Kohäsionskräfte im Pulver überwinden und das Pulverbett auch bei Schichtstärkenverhältnissen von 5 und 7,5 über die Klopfdichte verdichten. Bei allen weiteren Pulvern liegt die Pulverbettdichte ab einem Schichtstärkenverhältnis von 5 unterhalb der Klopfdichte.

Die Ergebnisse zur Beziehung zwischen der Klopff- und Pulverbettdichte decken sich mit Ergebnissen aus der Literatur, bei denen die Pulverbettdichte mit $4,76 \text{ g cm}^{-3}$ bei einem Schichtstärkenverhältnis von 3,97 knapp unterhalb der Klopfdichte $4,92 \text{ g cm}^{-3}$ liegt [157]. Bei vielen weiteren Literaturquellen werden keine vollständigen Daten zur Pulvercharakterisierung oder Pulverbettdichte mitgeteilt, was eine umfassendere Einordnung nicht möglich macht.

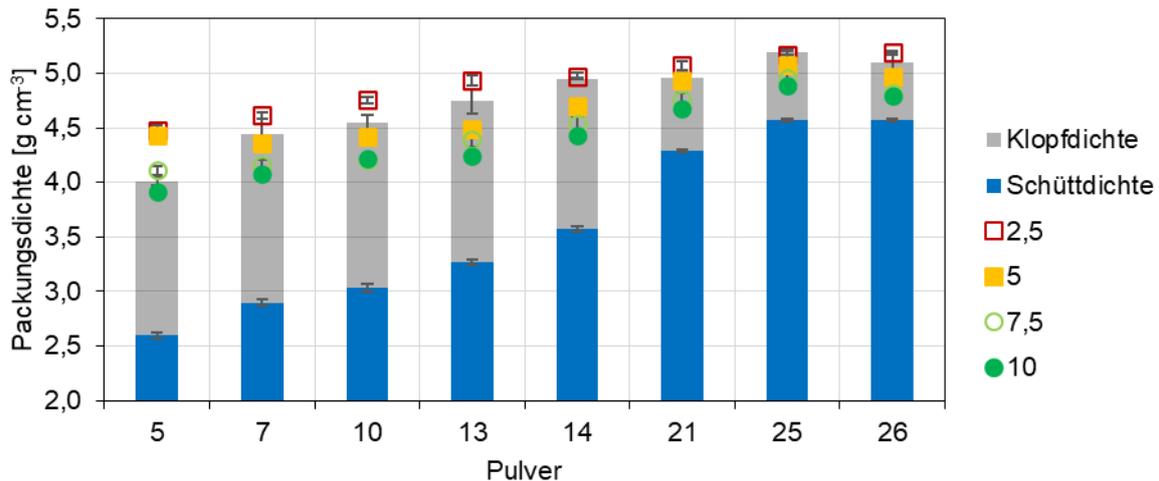


Abbildung 7-37: Einordnung der Pulverbettdichte der Schichtstärkenverhältnisse 2,5 – 10 in die Packungseigenschaften der Pulver

Bei der Beziehung zwischen den Pulvereigenschaften und der Pulverbettdichte zeigen die Ergebnisse, dass die Schüttdichte allein keinen aussagekräftigen Wert zur Abschätzung der Pulverbettdichte bietet. Die Klopfdichte liegt hingegen bei allen Pulvern im Bereich der Pulverbettdichte. Sie bietet somit einen Anhaltspunkt, um das Packungsverhalten der Pulver im Prozess abschätzen zu können.

Für die Pulver mit höheren Pulverbettdichten können tendenziell auch bessere Fließeigenschaften gemessen werden. Bei der Pulverbettdichte erreichten die drei größten Pulver mit D_{50} von 21, 25 und 26 μm die höchsten Pulverbettdichten, anschließend folgte ein Abstand zu den fünf feineren Pulvern. Dieser Abstand in den Messwerten wird bei der Fließfähigkeit sowohl beim Schüttwinkel als auch beim Hausner Ratio festgestellt. Die Messwerte der rotierenden Trommel zeigen diesen Abstand hingegen nicht. Die rotierende Trommel eignet sich somit weniger zur Bewertung der Verarbeitbarkeit von Pulvern für das Metal Binder Jetting. Der Spannungszustand des Messverfahrens entspricht nicht der Beanspruchung des Pulvers beim Schichtauftrag. Für andere additive Fertigungsverfahren, wie dem Laserstrahlschmelzen, mag das Messverfahren aufgrund des ähnlicheren Spannungszustandes bei Pulverauftrag mittels Rakel geeigneter sein [59].

Die drei groben Pulver weisen neben den besseren Fließeigenschaften auch eine geringere Spanne der Pulverbettdichte zwischen dem niedrigsten und dem höchsten Schichtstärkenverhältnis auf. Daraus lässt sich ableiten, dass das Packungsverhalten von Pulvern mit guten Fließeigenschaften durch die unterschiedlichen Spannungszustände der Prozessparameter beim Pulverauftrag weniger beeinflusst wird.

Insgesamt können alle Pulver unabhängig von ihren Fließeigenschaften zu einer zusammenhängenden und homogenen Schicht aufgetragen werden. Dies ist auf den rotierenden Roller zurückzuführen, der das Pulver anregt und dessen Fließfähigkeit stimuliert. Die Ergebnisse der Messverfahren, insbesondere der Klopfdichte, können als Indikator dienen, wie dicht sich ein Pulver beim Pulverauftrag packen lässt. Die absolute Höhe der Pulverbettdichte hängt von Faktoren, wie der Auftragsmethode und deren Parametern ab und kann daher mit bedingt über die Klopfdichte dargestellt werden. Die Klopfdichte eignet sich jedoch in Verbindung mit der Schüttdichte für Vergleich des Verarbeitungsverhaltens zwischen unterschiedlichen Pulvern.

Beziehung zwischen den Partikeleigenschaften und der Pulverbettdichte

Neben der Beziehung zwischen der Pulverbettdichte mit den Eigenschaften des Pulveraufwerkes kann auch die Beziehung zur Ebene darunter, der Partikelebene, hergestellt werden. In Abbildung 7-38 ist die Pulverbettdichte in Abhängigkeit des K-Wertes dargestellt. Der K-Wert dient als Korrelationsfaktor und wird aus den Prozessparametern, sowie den wichtigsten Pulvereigenschaften gemäß Gleichung 7-1, berechnet. Die Parameter eignen sich dafür, da mit ihnen die maßgeblichen Einflussfaktoren auf die Interaktion zwischen dem Pulver und dem Roller (SSV), sowie die internen Wechselwirkungen (spezifische Oberfläche), als auch das rein geometrische Packungsverhalten der Partikel (Spanne der Verteilungsbreite) berücksichtigt werden. Die Exponenten der Basen wurden mittels Excel Solver bestimmt und lauten wie folgt: $\alpha = 0,92$; $\beta = 1,48$; $\gamma = -0,17$; $\delta = 0,04$. Anhand der Höhe der Exponenten ist abzulesen, dass die spezifische Oberfläche der Pulver und das Schichtstärkenverhältnis (SSV) die größten Auswirkungen auf die Pulverbettdichte besitzen. Die Verteilungsbreite und -schiefe besitzt gemäß Gleichung nur geringe Auswirkungen auf die Pulverbettdichte. Der Korrelationskoeffizient von ca. 0,95 ist für eine Anzahl von 40 Messpunkte vergleichsweise hoch.

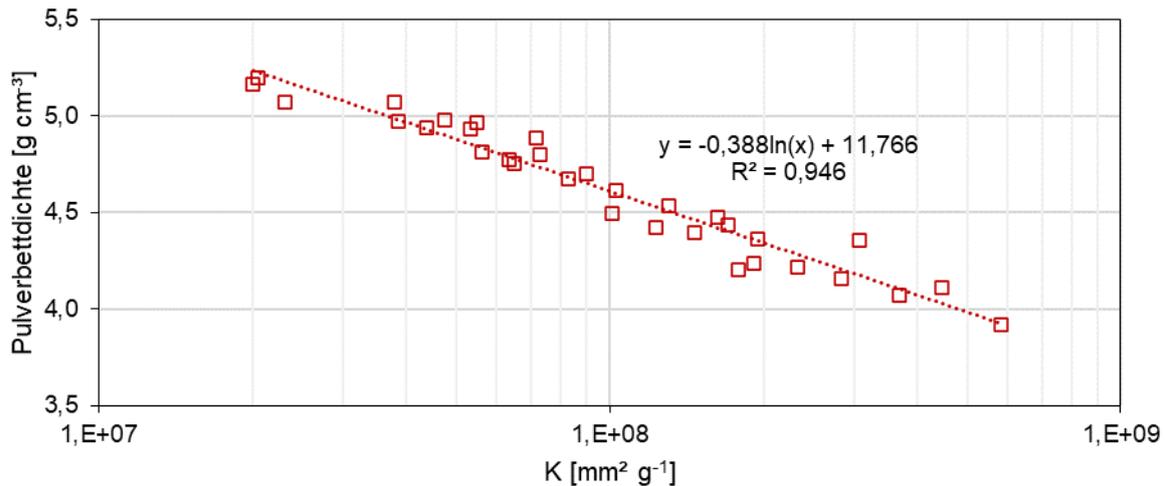


Abbildung 7-38: Pulverbettdichte in Abhängigkeit des K-Wertes

$$K = (SSV)^\alpha \cdot (\text{spez. Oberfläche})^\beta \cdot (\text{Verteilungsbreite})^\gamma \cdot (\text{Verteilungsschiefe})^\delta \quad (7-1)$$

Bei der Einordnung des Zusammenhangs zwischen den Partikeleigenschaften und der Pulverbettdichte in die Literatur finden sich nur wenige Quellen, welche die benötigten Größen mit aufführen. Für die vorhandene Quelle [157] (spezifische Oberfläche: $0,13 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$; SSV: 3,97; Spanne der Verteilungsbreite: 2,10) liegt der errechneter Wert für die Pulverbettdichte bei $4,56 \text{ g cm}^{-3}$ und damit von der gemessenen Pulverbettdichte mit $4,76 \text{ g cm}^{-3}$ nur geringfügig abweicht. Insbesondere wenn man berücksichtigt, dass die spezifische Oberfläche in einem anderen Gerät gemessen wurde und die Spanne der Verteilungsbreite von den gemessenen Pulvern abweicht.

Daher sollten Randbedingungen für die Gültigkeit Zusammenhangs zur Abschätzung der Pulverbettdichte aufgestellt werden. Die Rahmenbedingungen liegen sowohl in den Pulvereigenschaften als auch im MBJ-Prozess. Beim MBJ-Prozess sind sowohl der Drucker als auch alle Prozessparameter bis auf die Schichtstärke beizubehalten. Darüber hinaus müssen auch die äußeren Randbedingungen wie Temperatur und Luftfeuchtigkeit in dem Prozessfenster der Versuche sein.

Bei den Pulvereigenschaften muss insbesondere die Morphologie dem verwendeten Pulver entsprechen, da alle Pulver bis auf das Pulver mit D_{50} von $26 \mu\text{m}$ vom gleichen Hersteller stammen. Da das Pulver mit D_{50} von $26 \mu\text{m}$ das Pulver mit der geringsten Kohäsivität ist, spielt dessen Morphologie eine geringe Rolle. Die ohnehin sehr sphärischen Partikel gleiten hervorragend aneinander ab. Die Kohäsivität von Pulvern wird auch durch deren Dichte beeinflusst, daher sollte diese im Bereich der untersuchten Legierung mit $7,95 \text{ g cm}^{-3}$ liegen und damit der Zusammenhang für Eisen- und ggf. auch Nickelbasislegierungen gültig sein.

Die Spanne der Verteilungsbreite liegt bei den 5 feinen Pulvern im Bereich zwischen 1,51 und 1,97. Zudem besitzen alle der feinen Pulver einen Feinanteil mit einem D_{10} von ca. 4 μm oder darunter. Bei einem Pulver mit einer mittleren Partikelgröße D_{50} zwischen 5 und 14 μm sollten diese Werte für die Spanne der Verteilungsbreite und den Feinanteil beibehalten werden. Für Spannen außerhalb des Bereiches ist der Zusammenhang ggf. nur bedingt aussagekräftig. Bei mittleren Partikelgrößen D_{50} über 14 μm zeigen die Ergebnisse einen geringen Einfluss der Verteilungsbreite auf die Pulverbettichte, daher muss der Zusammenhang nicht zwangsläufig nur innerhalb der Spanne von 0,87 bis 1,44 gültig sein.

Die Partikelgröße, die über die spezifische Oberfläche mit in den Zusammenhang einbezogen ist, ist in einem ausreichenden Bereich für das dicht-Sintern von MBJ-Teilen variiert worden. Daten der Literatur deuten drauf hin, dass der Zusammenhang auch für Partikelgrößen außerhalb des untersuchten Bereiches als Annäherung dienen kann. So zeigen Daten von Shad et al. [157], dass der errechnete Wert für die Pulverbettichte mit $3,96 \text{ g cm}^{-3}$ nur knapp unterhalb der Klopfdichte von $4,16 \text{ g cm}^{-3}$ für feines Pulver mit einem D_{50} von 4,4 μm liegt (spezifische Oberfläche: $0,44 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$; Spanne der Verteilungsbreite: 0,80). Für mittlere Partikelgrößen D_{50} über 26 μm liegen in der Literatur keine ausreichenden Daten zur Einordnung vor.

7.3.3 Grünteile

Die in Kapitel 0 beschriebenen Ergebnisse zeigen für die fünf feinen Pulver eine deutliche Zunahme der Grünteildichte bei geringerer Schichtstärke. Dies deckt sich mit den Erkenntnissen aus den vorherigen Phasen, in denen eine Partikelgrößenverteilung aus dem Bereich genutzt wurde. Darüber hinaus decken sich die Ergebnisse mit der Literatur, welche die Zunahme der Grünteildichte auf einer höheren Kraft pro Partikel zurück führt [88, 105]. Bei den drei groben Pulvern nimmt die Grünteildichte mit geringerer Schichtstärke beim dem feinsten der Pulver noch leicht ab, während sie bei den beiden groben Pulvern zunimmt. Diese Beobachtungen wurden bisher noch nicht gemacht und stellen eine neue Erkenntnis dar.

In Bezug auf die mittlere Partikelgröße steigt die Grünteildichte von Pulver mit D_{50} von 5 bis 13 μm an, bevor sie zu den groben Pulvern wieder abnimmt. Darüber hinaus fällt die Spanne der Grünteildichte zwischen dem niedrigsten und höchsten SSV bei den feinen Pulvern mit $D_{50} \leq 13 \mu\text{m}$ höher aus als bei den Partikelgrößen darüber $D_{50} \geq 14 \mu\text{m}$. Diese Ergebnisse wurden bisher ebenfalls noch nicht beobachtet.

Die Grünteildichte liegt bei allen Pulvern und SSVs unterhalb der Pulverbettichte. Diese Ergebnisse decken sich mit der Literatur [157–159]. Die Differenz zwischen der Pulverbett- und Grünteildichte hängt vom Pulver und dem SSV ab und sind auf die Pulver-Binder-

Interaktion zurückzuführen, da die Pulverbettichte mit geringerer Schichtstärke und größerem Pulver - bis auf einen Messwert - kontinuierlich zunimmt. Für die Differenz zwischen der Pulverbett- und Grünteildichte sind, sind sowohl für die Unterschiede zwischen den Pulvern als auch für den Verlauf innerhalb eines Pulvers entlang der SSVs, jeweils zwei Effekte ursächlich.

Bei der Differenz zwischen der Pulverbett- und Grünteildichte ist bei den feinen Pulvern eine Differenz von bis zu $0,4 \text{ g cm}^{-3}$ zu beobachten die kontinuierlich auf bis $0,1 \text{ g cm}^{-3}$ beim Pulver mit D_{50} von $13 \mu\text{m}$ abnimmt, bis sie bei den Pulvern mit D_{50} von 25 und $26 \mu\text{m}$ auf bis zu $1,0 \text{ g cm}^{-3}$ ansteigt. Die Unterschiede zwischen den Pulvern können auf folgende Effekte zurückzuführen sein.

- Eine größere Differenz bei gröberen Pulvern ist auf die geringere Pulverkohäsion zurückzuführen, welche zu einer größeren Masse an ausgeschossenen Partikeln führt. Dieser Effekt wurde von Parab et al. [121] beobachtet.
- Eine größere Differenz bei feineren Pulvern ist auf deren größere spezifische Oberfläche zurückzuführen. Dadurch muss einerseits mehr absolute Oberfläche benetzt werden und andererseits auch mehr Binder im freien Porenvolumen die niedrigeren Packungsdichte auffüllen. Beides führt dazu, dass bei feineren Pulvern zur vollständigen Benetzung mehr Binder benötigt wird. Bei einer zu geringen Menge an Binder wird innerhalb von Pulveraggregaten die Gleichgewichtssättigung erreicht. Durch die wirkenden Kapillarkräfte ordnen sich die Partikel innerhalb des Aggregates effizient und dicht an. Zwischen den Aggregaten ist jedoch keine oder eine zu geringe Menge an Binder vorhanden, wodurch sich die Aggregate durch die Oberflächenwechselwirkungen untereinander nicht dicht packen und die Differenz größer ausfällt. Dieser Effekt wurde von [160] beobachtet.

Bei groben Pulvern tritt vorwiegend der erste Effekt auf, bei feinen Pulvern vorwiegend der Zweite. Bei den mittleren Pulvergrößen wird die Gleichgewichtssättigung näherungsweise erreicht und zwischen den Partikeln bilden sich ausreichend hohe Adhäsionskräfte, sodass sie nicht ausgeschlossen werden. Somit wirken beide Effekte nur eingeschränkt, wodurch die Differenz zwischen der Pulverbett- und Grünteildichte am geringsten ausfällt.

Bei der Differenz zwischen der Pulverbett- und Grünteildichte innerhalb eines Pulvers entlang der SSV ist bei feinen Pulvern mit D_{50} von 5 und $7 \mu\text{m}$ ein Ansteigen der Differenz von $0,1$ auf $0,3 \text{ g cm}^{-3}$ bis zum SSV von 5 zu beobachten, bevor es wieder abnimmt. Die Pulver 10 und 13 zeigen eine konstant niedrige Differenz von unter $0,2 \text{ g cm}^{-3}$. Die Pulvergrößen darüber zeigen eine abnehmende Tendenz der Differenz mit zunehmendem SSV. Bei den

Pulvern mit D_{50} von 25 und 26 μm ist die Differenz am größten und nimmt von 1,0 auf 0,5 g cm^{-3} am stärksten ab. Für die die Unterschiede entlang der SSV können folgende Effekte ursächlich sein.

- Eine ansteigende Differenz mit zunehmendem SSV, sprich eine positive Steigung, kann auf die größere Menge an Binder zurückzuführen sein, die pro Schicht eingebracht wird. Wie in Phase II beobachtet, führt die zu tieferen Fehlstellen im Pulverbett, die durch den nächsten Pulverauftrag nicht mehr geschlossen werden können und in einem größeren Dichteverlust resultieren. Darüber hinaus liegt bei einem niedrigeren SSV eine höhere Pulverbettdichte vor, wodurch bei gleicher Bindermenge eine höhere Sättigung erzielt wird. Diese kommt insbesondere bei feineren Pulvern näher an die Gleichgewichtssättigung und führt zu einem geringeren Dichteverlust [125].
- Eine sinkende Differenz mit zunehmendem SSV kann darauf zurückzuführen sein, dass bei höherer Schichtstärke seltener Binder eingebracht wird. Durch das ebenfalls seltenere Heizen verdampft weniger Lösemittel des Binders, wodurch die Sättigung näher an die Gleichgewichtssättigung kommt, was zu einer geringeren Differenz führt. Bei höherem SSV werden außerdem seltener Partikel ausgeschossen, sodass durch weitere Überfahrten des Druckkopfes kein weiterer Dichteverlust erfolgt. Weiterhin besteht ebenfalls die Möglichkeit, dass der untere Teil der Schicht durch den bereits aufgetragenen Binder befeuchtet ist und eine größere Kohäsion besitzt, wodurch die Partikel weniger ausgeschossen werden. Beide Effekte könnte insbesondere bei gröberen Pulvern mit hohen Schichtstärken zutreffen.

Bei den unterschiedlichen SSV scheint der erste Effekt bei gröberen Pulvern weniger stark, dafür der Zweite intensiver ausgeprägt zu sein, wodurch die Differenz zwischen Pulverbett- und Grünteildichte mit zunehmendem SSV abnimmt. Bei den mittleren Partikelgrößen sind beide Effekte wenig ausgeprägt, weil die Bindersättigung nahe an der Gleichgewichtssättigung liegt und die Pulver durch den Feinanteil ein kohäsives Verhalten besitzen und weniger Partikel ausgeschossen werden. Bei den feinen Pulvern mit D_{50} von 5 und 7 μm scheint die Gleichgewichtssättigung maßgeblich zu sein, wodurch bei geringeren SSV der erste Effekt, bei höheren SSV der zweite Effekt vorwiegend ausgeprägt zu sein scheint.

7.3.4 Sinterteile

Die in Kapitel 7.2.4 beschriebenen Ergebnisse der Sinterdichte zeigen bei den jeweils niedrigeren Sintertemperaturen einen Einfluss der Grünteildichte und damit auch der Koordinationszahl. Die Sinterdichte steigt mit höherer Grünteildichte. Bei den vier feinsten Pulvern liegen die Sinterdichten beim geringsten SSV zudem auf einer Höhe. Die höhere Sinteraktivität der feineren Pulver kann deren niedrigere Grünteildichte bis zu diesem Sinterstadium kom-

pensieren. Darüber hinaus sinkt die Sinterdichte mit steigender Schichtstärke, sodass auch eine inhomogene Partikelstruktur der Grünteile zu einer lokal niedrigeren Koordinationszahl führen und das Verdichtungsverhalten beeinträchtigen kann. Dieser Effekt wurde bereits in der letzten Phase diskutiert und deckt sich mit der Literatur.

Bei den gröberen Pulvern ist tendenziell eine Zunahme der Sinterdichte mit höherer Schichtstärke zu beobachten. Die ist einerseits auf die höhere Grünteildichte höherer Schichtstärken zurückzuführen. Aber auch bei konstanter Grünteildichte steigt die Sinterdichte mit höheren Schichtstärken. Bei höherer Schichtstärken wird seltener Binder eingebracht und seltener Partikel ausgeschossen. Bei einer Annäherung an einen Gleichgewichtszustand oder begrenzter absoluter Penetrationstiefe der Bindertropfen bleibt ein größerer Anteil der Grünkörperstruktur homogen. Der größere Anteil mit höherer Koordinationszahl am Grünkörper führt zu einer höheren Sinterdichte. Dass dieser Effekt primär bei den Pulvern mit geringerem Feinanteil auftritt, kann auch damit begründet werden, dass die Aktivierungsenergie der niedrigeren Sintertemperatur nicht ausreicht, um die Zwischenschichtporosität zu schließen, was Proben mit geringeren Schichtanzahlen besser verdichten lässt. Dieser Effekt wurde bisher noch nicht beobachtet.

Bei den jeweils höheren Sintertemperaturen der Pulver zeigen die Ergebnisse geringere Unterschiede in der Sinterdichte zwischen den Pulvern und den SSV. Zum Teil liegen die Unterschiede im Bereich der Standardabweichung. Die Proben befinden sich im Endstadium des Festphasensinterns, bei dem die Reduzierung der Korngrenzenenergie die treibende Kraft für die weitere Verdichtung ist, welche auf Volumendiffusion beruht. Der Einfluss der Grünteildichte fällt geringer aus als bei der niedrigeren Sintertemperatur. Auch die Unterschiede in der Sinterdichte zwischen den Pulvern sind geringer. Die höhere Sintertemperatur bietet somit nur eine geringe Aussagekraft über die Grünteileigenschaften. Die insgesamt hohe Sinterdichte der feineren Pulver bei 1350 °C Sintertemperatur liegt über den in der Literatur gefundenen und in Kapitel 2.6 dargestellten Sinterdichten bei vergleichbaren Pulvern und ähnlichen Sinterbedingungen.

7.3.5 Schwindung

Die in Kapitel 7.2.5 beschriebenen Ergebnisse zeigen die größere Schwindung bei feineren Pulvern bei 1350 °C. Diese ist auf die geringere Grünteildichte zurückzuführen, da mehr Porenvolumen aufgefüllt werden muss. Analog dazu fällt die Schwindung der niedrigeren SSV geringer aus. Der Effekt einer niedrigeren Schwindung aufgrund einer geringeren Sinterdichte fällt ausschließlich beim Pulver mit D_{50} von 21 μm ins Gewicht. Die höheren Schwindungen der feinen Pulver bei 1350 °C im Vergleich zu 1300 °C Sintertemperatur sind auf die

niedrigeren Sinterdichten zurückzuführen. Analog dazu fallen Schwindungen der groben Pulver bei 1380 °C höher aus als bei 1350 °C Sintertemperatur.

Die Anisotropie der Schwindung bei 1350 °C ist bei fast allen Pulvern konstant. Lediglich das Pulver mit D_{50} von 26 μm , das den geringsten Feinanteil besitzt, zeigt einen geringeren Anteil der Schwindung in Z-Richtung. Beim SSV ist eine Zunahme der Anisotropie in Z-Richtung von 2,5 zu 5 bei allen Pulvern und Sintertemperaturen zu beobachten, die bei den SSV darüber weitestgehend konstant bleibt. Der zunehmende Anteil an Schwindung in X-Richtung bei den gröberen Pulvern und höheren SSV ist auf die höhere Schichtstärke zurückzuführen, die linienförmige Defekte im Grünteil zurücklässt. Dies wurde in Phase II gezeigt und diskutiert. Darüber hinaus zeigten Untersuchungen in der eigenen Forschungsgruppe, dass die Bindersättigung Auswirkungen auf die Zwischenschichtporosität und die Anisotropie der Schwindung hat. Reineke *et al.* [160] zeigten, dass die Anordnung der Partikel durch die Kapillarwirkung des Binders beeinflusst wird. Geringe Bindersättigungen führen zur Bildung von Poren zwischen den mit Binder gefüllten Aggregaten, in denen die Gleichgewichtssättigung herrscht, was sich insbesondere auf die Zwischenschichtporosität auswirkt. Mit zunehmender Bindersättigung wurde eine Abnahme der Anisotropie der Schwindung beobachtet. Basierend auf den Untersuchungen hätte die Anisotropie in Z-Richtung mit zunehmender Partikelgröße abnehmen müssen.

Beim Vergleich der Sintertemperaturen zeigen die feinen Pulver eine leichte Zunahme der Anisotropie mit höherer Sintertemperatur. Bei den groben Pulvern scheint die Sintertemperatur keinen Einfluss auf die Anisotropie der Schwindung zu haben. Die größere Anisotropie der höheren Sintertemperatur ist auf die, mit fortschreitendem Sinterprozess verdichtende Volumendiffusion zurückzuführen, welche die verbleibenden Poren schließt, die sich vor allem an den Grenzflächen zwischen den Schichten befinden. Diese Erkenntnis stimmt mit den Untersuchungen von Wheat *et al.* [153] überein, bei denen mit MBJ hergestellte Titanbauteile bei einer Sintertemperatur von 1000 °C größere periodische Schwankungen aufwiesen als bei 1400 °C, da die Verdichtung zunächst in hochkoordinierten Bereichen auftritt und Zwischenschichtporosität zurückbleibt. [161]

7.4 Fazit Phase III

In Phase III wurde das Auftragsverhalten verschiedener Partikelgrößenverteilungen in Abhängigkeit der Schichtstärke untersucht. Darüber hinaus wurden die Pulvereigenschaften mit standardisierten Methoden umfassend charakterisiert, um eine Beziehung zwischen den Pulvereigenschaften und dem Prozessverhalten der Pulver herzustellen.

Alle Pulver konnten unabhängig von ihren Fließeigenschaften zu einer zusammenhängenden und homogenen Schicht aufgetragen werden, da der rotierende Roller die Fließfähigkeit des Pulvers stimuliert. Als Annäherung für die Pulverbettichte kann auf Basis der Pulvereigenschaften die Klopfdichte herangezogen werden, wenn die Schichtstärke zwischen dem 2,5 und 5-fachen der mittleren Partikelgröße liegt.

Weiterhin wurde ein Zusammenhang zwischen den Partikeleigenschaften und der Pulverbettichte ermittelt, der eine genauere Vorhersage der ermöglicht. Mit der spezifischen Oberfläche des Pulvers, der Spanne der Verteilungsbreite und der Schichtstärke lässt sich die Pulverbettichte mit einem Korrelationskoeffizienten von 0,95 vorhersagen. Die spezifische Oberfläche des Pulvers und die Schichtstärke besitzen die größten Auswirkungen auf die Pulverbettichte. Je gröber das Pulver und je niedriger die Schichtstärke, desto höher ist die Pulverbettichte.

Die Pulverbettichte nimmt mit geringerer Schichtstärke und gröberen Pulvern kontinuierlich zu. Die höchste Grünteildichte wird hingegen bei geringerer Schichtstärke und mittlerer Partikelgröße erreicht. Bei Binderauftrag werden Partikel durch den Tropfenaufprall ausgeschossen. Die Pulver-Binder-Interaktion erfolgt dabei maßgeblich in Abhängigkeit der Partikelgröße, bei den gröberen Pulvern auch in Abhängigkeit der Schichtstärke. Durch die geringere Kohäsion wird bei gröberen Pulvern eine größere Masse an Partikeln ausgeschossen. Bei hohen Schichtstärken ist der relative Masseverlust geringer, da Penetrationstiefe der Bindertropfen begrenzt zu sein scheint und seltener Binder aufgetragen wird oder der untere Teil der Schicht durch den bereits aufgetragenen Binder befeuchtet ist und eine größere Kohäsion besitzt, wodurch die Partikel nicht ausgeschossen werden. Bei den feinen Pulvern wirkt sich darüber hinaus die Bindermenge auf die den Dichteverlust aus. Durch die höhere benötigte Bindermenge wird die Gleichgewichtssättigung nicht im gesamten Pulverbett erreicht, sodass sich die Aggregate im Grünteil durch die Oberflächenwechselwirkungen weniger dicht packen.

Der Einfluss der Schichtstärke und der Partikelgrößenverteilung ist bei niedrigeren Sinter Temperaturen ausgeprägter. Insgesamt steigt die Sinterdichte mit höherer Grünteildichte. Mit höherer Grünteildichte nimmt die Schwindung der Proben hingegen ab. Die Anisotropie der Schwindung steigt bei höheren Sinter Temperaturen, da die verbleibenden Poren, die hauptsächlich an den Grenzflächen zwischen den Schichten vorhanden sind, durch Volumendiffusion geschlossen werden.

8 Zusammenfassung

Im Rahmen dieser Dissertation wurde der Einfluss des Pulverauftrags beim Metal Binder Jetting unter Verwendung des rostfreien Edelstahls 316L umfassend analysiert. Anhand einer grundlegenden Varianzanalyse zu den Pulverauftragsparametern an Pulver mit einer mittleren Partikelgröße D_{50} von 11 μm wurde gezeigt, dass die Trocknung des Pulvers den Einfluss der Auftragsparameter erhöht. Die Trocknung verbessert die Fließfähigkeit des Pulvers und verringert dessen Kohäsion sowie die innere Reibung, was den Einfluss der von außen einwirkenden Kräfte des Pulverauftrags erhöht.

Die Varianzanalyse zeigte, dass die Schichtstärke, gefolgt vom Rollerdurchmesser, den größten Einfluss auf die Grünteil- und Sinterdichte hat. Bei niedrigeren Schichtstärken wirkt die von der Pulverkohäsion induzierte Kraft auf weniger Partikel, wodurch diese pro Partikel höher ausfällt. Daraus resultieren eine dichtere Pulverpackung und höhere Grünteildichte. Eine höhere Grünteildichte führt durch eine höhere Koordinationszahl und ein geringeres aufzufüllendes Porenvolumen zu einer höheren Sinterdichte. Die Schichtstärke beeinflusst darüber hinaus auch die Partikelanordnung in den Grünteilen. Untersuchungen mittels Röntgen-Computertomographie zeigen, dass der Pulverauftrag mittels gegenläufigem Roller und der Bindereintrag zu Dichteschwankungen und Entmischungen der Partikel im Grünteil führt. Beim Aufprall der Bindertropfen auf dem Pulverbett werden Partikel ausgeschossen und verursachen Defekte im Grünteil. Bei höherer Schichtstärke wird mehr Binder pro Schicht aufgetragen, wodurch sich die Dichteschwankungen und Entmischungen stärker ausprägen. Diese Effekte führen zu lokal niedrigeren Koordinationszahlen in Grünteilen, welche in Zwischenschichtporosität von Sinterteilen und niedrigeren Sinterdichten resultieren.

Die Schwankungen in der Grünteildichte können ebenfalls für das charakteristische, anisotrope Schwindungsverhalten von Metal Binder Jetting Bauteilen verantwortlich gemacht werden. Zu Beginn des Sinterprozesses findet in der homogenen, dichten und hochkoordinierten Pulverpackung innerhalb einer Schicht vorwiegend die nicht verdichtende Oberflächendiffusion statt. Mit fortschreitendem Sinterprozess schließt die verdichtende Volumendiffusion die verbleibenden Poren, die sich vor allem an den Grenzflächen zwischen den Schichten befinden. Dies führt zu einer höheren Gesamtschwindung in Z-Richtung. Bei niedrigeren Sinter Temperaturen und einer unvollständigen Verdichtung fällt die Anisotropie geringer aus, da Poren an den Grenzflächen zwischen den Schichten verbleiben.

Die Untersuchungen verschiedener Partikelgrößenverteilungen mit einer mittleren Partikelgröße zwischen 5 und 26 μm zeigen, dass die Pulver unabhängig von ihren Fließeigenschaften zu einer zusammenhängenden und homogenen Schicht aufgetragen werden können, da

ihre Fließfähigkeit durch den rotierenden Roller stimuliert wird. Die Pulverbettdichte nimmt mit niedrigerer Partikelgröße ab, da die Kohäsionskräfte mit der spezifischen Oberfläche des Pulvers zunehmen. Die höchsten Grünteildichten werden jedoch bei mittleren Partikelgrößen erreicht, da die Pulver-Binder-Interaktion beim Bindereintrag maßgeblich in Abhängigkeit der Partikelgröße erfolgt. Bei den gröberen Pulvern wirkt sich auch die Schichtstärke auf die Pulver-Binder-Interaktion aus. Durch die geringere Kohäsion gröberer Pulvern mit $D_{50} > 20 \mu\text{m}$ wird eine größere Masse an Partikeln aus dem Pulverbett ausgeschossen, wodurch eine größere Differenz zwischen Pulverbett- und Grünteildichte entsteht. Bei hohen Schichtstärken ist der relative Masseverlust geringer, da seltener Binder aufgetragen wird und die Penetrationstiefe der Bindertropfen durch das Pulverbett begrenzt zu sein scheint. Bei den feinen Pulvern mit $D_{50} < 7 \mu\text{m}$ wirkt sich hingegen vorwiegend die Bindermenge auf den Dichteverlust aus. Durch die höhere benötigte Bindermenge wird die Gleichgewichtssättigung nicht im gesamten Pulverbett erreicht, sodass sich die Aggregate im Grünteil durch die Oberflächenwechselwirkungen weniger dicht packen.

Bei der niedrigeren Sintertemperatur von $1300 \text{ }^\circ\text{C}$ haben die Pulver bei der niedrigsten Schichtstärke eine ähnliche Sinterdichte zwischen $7,50$ und $7,58 \text{ g cm}^{-3}$. Mit zunehmender Schichtstärke nimmt die Sinterdichte ab. Die Abnahme fällt bei niedrigeren Partikelgrößen mit $D_{50} < 7 \mu\text{m}$ geringer aus, da die Pulver eine höhere Sinteraktivität besitzen. Die mittleren Partikelgrößen mit $10 \mu\text{m} < D_{50} < 14 \mu\text{m}$ benötigen die hohen Koordinationszahlen. Da diese mit zunehmender Schichtstärke abnehmen, sinkt die Sinterdichte ebenfalls. Die größere Aktivierungsenergie der $1350 \text{ }^\circ\text{C}$ Sintertemperatur führt zu geringeren Unterschieden in der Sinterdichte aller Pulver und Schichtstärken. Der Einfluss der Partikelgrößenverteilung ist bei höheren Sintertemperaturen weniger stark ausgeprägt. Die groben Pulver mit einem $D_{50} > 21 \mu\text{m}$ zeigen durch die Grünteildichten von $4,0 - 4,5 \text{ g cm}^{-3}$ und geringe Sinteraktivität die niedrigsten Sinterdichten. Die Schwindung der Proben nimmt mit höherer Grünteildichte und niedrigerer Sinterdichte ab. Dementsprechend werden die geringsten Schwindungen mit den Partikelgrößen $D_{50} > 20 \mu\text{m}$ erzielt.

In dieser Arbeit wurde ein Zusammenhang zwischen den Partikeleigenschaften und der Pulverbettdichte herausgearbeitet. Der Zusammenhang ist auf die spezifische Oberfläche des Pulvers, die Partikelgrößenverteilung und die Schichtstärke eingegrenzt. Über die mit standardisierten Methoden ermittelten Kennwerte lässt sich die Pulverbettdichte präzise vorher-sagen. Die spezifische Oberfläche des Pulvers und die Schichtstärke besitzen den größten Einfluss auf die Pulverbettdichte. Je gröber das Pulver und je niedriger die Schichtstärke, desto höher ist die Pulverbettdichte. Darüber hinaus zeigen die Untersuchungen, dass die

Klopfdichte als Annäherung für die Pulverbettichte herangezogen werden kann, wenn die Schichtstärke zwischen dem 2,5 und 5-fachen der mittleren Partikelgröße D_{50} liegt.

Die in der vorliegenden Arbeit durchgeführten Untersuchungen zum Pulverauftrag beim Metal Binder Jetting ermöglichen entsprechend der Zielstellung ein grundlegendes Verständnis zum Einfluss der Auftragsparameter und der Pulvereigenschaften. Die eingesetzten Analysemethoden und ermittelten Parametergrößen erwiesen sich als geeignet und aussagekräftig für die Charakterisierung des Metal Binder Jetting Prozesses. Die gewonnenen Erkenntnisse bieten eine Grundlage für die Auswahl geeigneter Pulver und Prozessparameter und tragen zur erfolgreichen Anwendung des Metal Binder Jettings bei der Serienfertigung von Bauteilen bei.

9 Ausblick

Für die breite Anwendung des Metal Binder Jettings für die Serienfertigung von Bauteilen ist ein robuster, reproduzierbarer und leistungsfähiger Druckprozess unerlässlich, der durch kontrollierte Randbedingungen gleichbleibende und homogene Grünteile mit möglichst hoher Dichte und Sinteraktivität erzeugt. Ausgehend von den Erkenntnissen der vorliegenden Arbeit über den Einfluss der Pulverkonditionierung, Pulvereigenschaften und Prozessparameter können zahlreiche weitere Forschungsthemen für die Weiterentwicklung des Druckprozesses und der prozessbegleitenden Analytik beim MBJ identifiziert werden.

Der in dieser Arbeit nachgewiesene Einfluss des Pulvertrocknens zeigt, dass die Kohäsionskräfte des Pulvers durch die Umgebungsbedingungen beeinflusst werden. In welchem Maße der Prozess durch diese beeinflusst wird, ist bisher nicht abschätzbar. Daher sollten Untersuchungen zum Einfluss der Luftfeuchtigkeit und Temperatur auf die Verarbeitbarkeit eines Pulvers fortgeführt werden. Dabei sollte insbesondere überprüft werden, wie lange ein Pulver der Umgebung ausgesetzt sein muss, damit es von dieser beeinflusst wird und ob einmalige Behandlungen einen Einfluss haben.

Nachdem in dieser Arbeit ein Zusammenhang zur Vorhersage der Pulverbettdichte ermittelt wurde, ist es erstrebenswert dessen Anwendungsbereich zu erweitern. Einerseits sollten die bisherigen Parameter in einem breiteren Feld untersucht werden, wie beispielsweise unterschiedlichere Verteilungsbreiten für feinere Partikelgrößen. Andererseits sollten Faktoren hinzugefügt werden, die anderen Pulvereigenschaften mit in den Zusammenhang mit einbeziehen, wie beispielsweise die Morphologie der Pulverpartikel oder auch die Dichte der unterschiedlichen Legierungen. Darüber hinaus kann der Einfluss weiterer Einflussfaktoren wie multimodaler Partikelgrößenverteilungen und Prozesshilfsmittel wie Fließhilfsmittel betrachtet werden. Neben dem Pulver zeigten auch die Prozessparameter einen großen Einfluss auf den Zusammenhang. Insbesondere wurde sich in der vorliegenden Arbeit auf die Schichtstärke konzentriert. Eine Ausweitung der Prozessparameter auf die Auftragsgeschwindigkeit erscheint daher sinnvoll.

Um den Eintrag des Binders und die Pulver-Binder-Interaktion weiter zu untersuchen, wäre es von Interesse den Einfluss der Tropfeneigenschaften auf die Tropfenaufprall im Pulverbett und deren Interaktion zu analysieren. Insbesondere die Tropfenform und -größe, sowie die Tropfengeschwindigkeit wirken sich auf die Interaktion beim Tropfenaufprall aus. In der Ausbreitungsphase des Binders im Pulverbett ist insbesondere der Einfluss der Bindersättigung auf das Packungsverhalten der Partikel näher zu betrachten. Hier scheinen sowohl die zu benetzende Oberfläche eines Pulvers als auch die wirkenden Kapillarkräfte des Pulverbettes

die Gleichgewichtssättigung zu beeinflussen. Unterschiedliche Pulverbettichten des gleichen Pulvers und die spezifischen Oberflächen unterschiedlicher Pulver sollten daher hinsichtlich der Gleichgewichtssättigung untersucht werden. Darüber hinaus wirken sich auch die Bindereigenschaften, wie beispielsweise die Oberflächenspannung oder die Benetzungseigenschaften des Binders in beiden Phasen auf die Pulver-Binder-Interaktion aus.

Die in dieser Arbeit durchgeführten Untersuchungen wurden an dem rostfreien Edelstahl 316L durchgeführt, der hohe Sinterdichten erreicht. Bei weniger gut sinternden Legierungen könnten die Grünkörpereigenschaften eine noch deutlich größere Bedeutung für das Verdichtungsverhalten haben, sodass die Übertragbarkeit der vorliegenden Ergebnisse überprüft werden sollte. Insbesondere bei Titan-, Aluminium- und Wolframlegierungen, bei deren Dichte vom untersuchten Werkstoff abweicht, sind der Einfluss auf das Packungsverhalten beim Pulverauftrag und die Interaktion der Pulverpartikel mit dem Binder beim Tropfenaufprall auf dem Pulverbett zu untersuchen.

Neben der Variation der Einflussgrößen der Pulverkonditionierung, Pulvereigenschaften und Prozessparameter im MBJ-Prozess sollten die Untersuchungs-/Analysemethoden erweitert werden. Während in dieser Arbeit eine Grundlage bei der prozessbegleitenden Analytik zur Vorhersage der Pulverbettichte auf Basis der Partikel- und Pulvereigenschaften gelegt wurde, sollte diese auf weitere Bereiche, wie beispielsweise die Pulver-Binder-Interaktion, ausgeweitet werden. Die prozessbegleitende Analytik des Verfahrens ermöglicht sowohl eine Vorhersage von Prozessparametern, wodurch Entwicklungszeit auf dem Drucker und Materialien eingespart werden kann, als auch eine Qualitätssicherung während der Produktion, bei der kritische Kennwerte und Eigenschaften nachverfolgt werden können.

10 Literaturangaben

- [1] E. M. Sachs, J. S. Haggerty, M. J. Cima, and P. A. Williams, "Three-Dimensional Printing Techniques," US5204055 07/447677.
- [2] F. Klocke, *Fertigungsverfahren 5: Gießen, Pulvermetallurgie, Additive Manufacturing*. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2015.
- [3] S. Michaels, E. M. Sachs, and M. J. Cima, "Metal Parts Generation by Three-Dimensional Printing," in *Solid Freeform Fabrication Symposium, SSF 1992*, 1992, pp. 244–250.
- [4] M. Doyle, K. Agarwal, W. Sealy, and K. Schull, "Effect of Layer Thickness and Orientation on Mechanical Behavior of Binder Jet Stainless Steel 420 + Bronze Parts," *Procedia Manuf.*, vol. 1, pp. 251–262, 2015, doi: 10.1016/j.promfg.2015.09.016.
- [5] M. Mulser, G. Veltl, and F. Petzoldt, "Development of magnetic/non-magnetic stainless steel parts produced by two-component metal injection molding," *Int. J. Precis. Eng. Manuf.*, vol. 17, no. 3, pp. 347–353, 2016, doi: 10.1007/s12541-016-0043-7.
- [6] GKN Powder Metallurgy, *Werkstoffdatenblatt: Metal Binder Jetting 316L (1.4404)*. [Online]. Available: <https://www.gknpm.com/globalassets/downloads/gkn-additive/binder-am-materials/metal-binder-jetting-316l-1.4404.pdf> (accessed: Jun. 17 2022).
- [7] The ExOne Company, *Material Datenblatt: 316 Stainless Steel Infiltrated with Bronze*. [Online]. Available: https://www.google.com/url?sa=t&rct=j&q=&esrc=s&source=web&cd=&ved=2ahUKEwierP-FmrT4AhVvQ_EDHWb1D3YQFnoECBQQAQ&url=http%3A%2F%2Fexone.com%2FAdmin%2Fgetmedia%2Fd31fe7ce-a2a2-4fd9-b87a-0ae6e5c0040b%2FX1_MaterialData_316SS_062519.pdf&usg=AOvVaw3fbxluChQHKzgLKzj5vlyV (accessed: Jun. 17 2022).
- [8] GKN Powder Metallurgy, *GKN PM Materials and Processes - English*. [Online]. Available: <https://www.gknpm.com/globalassets/downloads/gkn-sinter-metals/materials-and-processes/gkn-pm-materials-and-processes-english.pdf> (accessed: Jun. 17 2022).
- [9] A. Lores, N. Azurmendi, I. Agote, and E. Zuza, "A review on recent developments in binder jetting metal additive manufacturing: materials and process characteristics," *Powder Metall.*, vol. 62, no. 5, pp. 267–296, 2019, doi: 10.1080/00325899.2019.1669299.
- [10] A. Mostafaei *et al.*, "Binder jet 3D printing – process parameters, materials, properties, and challenges," *Prog. Mater Sci.*, p. 100707, 2020, doi: 10.1016/j.pmatsci.2020.100707.

- [11] T. Do, P. Kwon, and C. S. Shin, "Process development toward full-density stainless steel parts with binder jetting printing," *Int. J. Mach. Tools Manuf.*, 2017, doi: 10.1016/j.ijmachtools.2017.04.006.
- [12] S. Mirzababaei and S. Pasebani, "A Review on Binder Jet Additive Manufacturing of 316L Stainless Steel," *JMMP*, vol. 3, no. 3, pp. 1–36, 2019, doi: 10.3390/jmmp3030082.
- [13] M. Ziaee, E. M. Tridas, and N. B. Crane, "Binder-Jet Printing of Fine Stainless Steel Powder with Varied Final Density," (in En;en), *JOM*, vol. 69, no. 3, pp. 592–596, 2017, doi: 10.1007/s11837-016-2177-6.
- [14] B. Verlee, T. Dormal, and J. Lecompte-Beckers, "Properties of Sintered Parts Shaped by 3D-Printing from Bimodal 316L Stainless Steel Powder Mixtures," in *Euro PM2011*, Barcelona (Spain), 2011.
- [15] E. Wheat, "Process Mapping and Optimization of Titanium Parts Made by Binder Jetting Additive Manufacturing," UWSpace, 2018.
- [16] J. Sicre-Artalejo, F. Petzoldt, M. Campos, and J. M. Torralba, "High-density inconel 718: Three-dimensional printing coupled with hot isostatic pressing," *The international journal of powder metallurgy*, vol. 44, No.1, pp. 35–43, 2008.
- [17] T. Dahmen *et al.*, "Densification, microstructure, and mechanical properties of heat-treated MAR-M247 fabricated by Binder Jetting," *Addit. Manuf.*, vol. 39, p. 101912, 2021, doi: 10.1016/j.addma.2021.101912.
- [18] M. Dourandish, D. Godlinski, A. Simchi, and V. Firouzdor, "Sintering of biocompatible P/M Co–Cr–Mo alloy (F-75) for fabrication of porosity-graded composite structures," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 472, 1-2, pp. 338–346, 2008, doi: 10.1016/j.msea.2007.03.043.
- [19] D. Godlinski and G. Veltl, "Three Dimensional Printing of PM-Tool Steels," in *Euro PM2005*, Prague (Czech Republic), 2005.
- [20] W. Du, X. Ren, Z. Pei, and C. Ma, "Ceramic Binder Jetting Additive Manufacturing: A Literature Review on Density," *J. Manuf. Sci. Eng*, vol. 142, no. 4, 2020, doi: 10.1115/1.4046248.
- [21] H. Miyanaji, S. Zhang, A. Lassell, A. Zandinejad, and L. Yang, "Process Development of Porcelain Ceramic Material with Binder Jetting Process for Dental Applications," *The Journal of The Minerals, Metals & Materials Society (TMS)*, vol. 68, no. 3, pp. 831–841, 2016, doi: 10.1007/s11837-015-1771-3.

- [22] R. K. Enneti, K. C. Prough, T. A. Wolfe, A. Klein, N. Studley, and J. L. Trasorras, "Sintering of WC-12%Co processed by binder jet 3D printing (BJ3DP) technology," *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.*, vol. 71, pp. 28–35, 2018, doi: 10.1016/j.ijrmhm.2017.10.023.
- [23] Y. Bai and C. B. Williams, "An exploration of binder jetting of copper," *Rapid Prototyping J.*, vol. 21, no. 2, pp. 177–185, 2015, doi: 10.1108/RPJ-12-2014-0180.
- [24] The ExOne Company, *ExOne Qualifies Aluminum Binder Jet 3D Printing With Ford*. [Online]. Available: <https://www.exone.com/en-US/Resources/news/ExOne-and-Ford-deliver-aluminum-breakthrough> (accessed: Jun. 16 2022).
- [25] Z. Zeng, M. Salehi, A. Kopp, S. Xu, M. Esmaily, and N. Birbilis, "Recent progress and perspectives in additive manufacturing of magnesium alloys," *J. Magnesium Alloys*, 2022, doi: 10.1016/j.jma.2022.03.001.
- [26] M. Salehi, S. Maleksaeedi, M. L. S. Nai, and M. Gupta, "Towards additive manufacturing of magnesium alloys through integration of binderless 3D printing and rapid microwave sintering," *Additive Manufacturing*, vol. 29, p. 100790, 2019, doi: 10.1016/j.addma.2019.100790.
- [27] M. Vaezi, P. Drescher, and H. Seitz, "Beamless Metal Additive Manufacturing," *Materials*, vol. 13, no. 4, 2020, doi: 10.3390/ma13040922.
- [28] W. D. Kingery, "Regelation, Surface Diffusion, and Ice Sintering," *J. Appl. Phys.*, vol. 31, no. 5, pp. 833–838, 1960, doi: 10.1063/1.1735704.
- [29] H. E. Exner and P. Bross, "Material transport rate and stress distribution during grain boundary diffusion driven by surface tension," in *Sintering Key Papers*, S. Sōmiya and Y. Moriyoshi, Eds., Dordrecht: Springer Netherlands, 1990, pp. 1007–1012.
- [30] R. M. German, "Sintering Simplified: Surface Area, Density, and Grain Size Relations," *Mater. Sci. Forum*, vol. 835, pp. 50–75, 2016, doi: 10.4028/www.scientific.net/MSF.835.50.
- [31] A. Cabo Rios, E. Hryha, E. Olevsky, and P. Harlin, "Sintering anisotropy of binder jetted 316L stainless steel: part II – microstructure evolution during sintering," *Powder Metallurgy*, pp. 1–13, 2022, doi: 10.1080/00325899.2021.2020486.
- [32] R. M. German, *Liquid Phase Sintering*. Boston, MA: Springer US, 1985.
- [33] P. Nandwana, A. M. Elliott, D. Siddel, A. Merriman, W. H. Peter, and S. S. Babu, "Powder bed binder jet 3D printing of Inconel 718: Densification, microstructural evolution and challenges☆," *Curr. Opin. Solid State Mater. Sci.*, 2017, doi: 10.1016/j.cossms.2016.12.002.

- [34] C. Gierl-Mayer, "Reactions between ferrous powder compacts and atmospheres during sintering – an overview," *Powder Metall.*, vol. 63, no. 4, pp. 237–253, 2020, doi: 10.1080/00325899.2020.1810427.
- [35] D.-M. Liu and W. J. Tseng, "Influence of solids loading on the green microstructure and sintering behaviour of ceramic injection mouldings," *J. Mater. Sci.*, vol. 32, no. 24, pp. 6475–6481, 1997, doi: 10.1023/A:1018646824219.
- [36] W. Fang, X. He, R. Zhang, S. Yang, and X. Qu, "Evolution of stresses in metal injection molding parts during sintering," *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, vol. 25, no. 2, pp. 552–558, 2015, doi: 10.1016/S1003-6326(15)63637-8.
- [37] L. Olmos *et al.*, "Analysing the sintering of heterogeneous powder structures by in situ microtomography," *Philosophical Magazine*, vol. 89, no. 32, pp. 2949–2965, 2009, doi: 10.1080/14786430903150225.
- [38] G. Petzow and H. E. Exner, "Particle Rearrangement in Solid State Sintering," in *Sintering Key Papers*, S. Sōmiya and Y. Moriyoshi, Eds., Dordrecht: Springer Netherlands, 1990, pp. 639–655.
- [39] R. M. German, *Particle packing characteristics*. Princeton, New Jersey: MPIF, Metal Powder Industries Federation, 1999.
- [40] G. G. Brown, *Unit Operations*. New York: Wiley, 1950.
- [41] E. Wheat, M. Vlasea, J. Hinebaugh, and C. Metcalfe, "Sinter structure analysis of titanium structures fabricated via binder jetting additive manufacturing," *Mater. Des.*, vol. 156, pp. 167–183, 2018, doi: 10.1016/j.matdes.2018.06.038.
- [42] M. Turker, D. Godlinski, and F. Petzoldt, "Effect of production parameters on the properties of IN 718 superalloy by three-dimensional printing," *Mater. Charact.*, vol. 59, no. 12, pp. 1728–1735, 2008, doi: 10.1016/j.matchar.2008.03.017.
- [43] N. Azurmendi, A. Lores Erazo, I. Agote, and C. Guraya, "Binder Jetting of High Dimensional Stability Alloy for Space Applications," in *Euro PM2018*, Bilbao (Spain), 2018.
- [44] H. Miyanaji, M. Orth, J. M. Akbar, and L. Yang, "Process development for green part printing using binder jetting additive manufacturing," *Front. Mech. Eng.*, vol. 13, no. 4, pp. 504–512, 2018, doi: 10.1007/s11465-018-0508-8.
- [45] B. Verlee, T. Dormal, and J. Lecomte-Beckers, "Density and porosity control of sintered 316L stainless steel parts produced by additive manufacturing," *Powder Metall.*, vol. 55, no. 4, pp. 260–267, 2013, doi: 10.1179/0032589912Z.00000000082.

- [46] I. Rishmawi, A. Rogalsky, M. Vlasea, and A. Molavi-Kakhki, "Comparison of the master sinter curves of water- and gas-atomized AISI 4340 low-alloy steel in binder jetting additive manufacturing," *Additive Manufacturing*, vol. 48, p. 102381, 2021, doi: 10.1016/j.addma.2021.102381.
- [47] A. Mostafaei, J. Toman, E. L. Stevens, E. T. Hughes, Y. L. Krimer, and M. Chmielus, "Microstructural evolution and mechanical properties of differently heat-treated binder jet printed samples from gas- and water-atomized alloy 625 powders," *Acta Mater.*, vol. 124, pp. 280–289, 2017, doi: 10.1016/j.actamat.2016.11.021.
- [48] T. Do *et al.*, "Improving Structural Integrity with Boron-based Additives for 3D Printed 420 Stainless Steel," *Procedia Manuf.*, vol. 1, pp. 263–272, 2015, doi: 10.1016/j.promfg.2015.09.019.
- [49] L. Sun, Y.-H. Kim, D. Kim, and P. Kwon, "Densification and Properties of 420 Stainless Steel Produced by Three-Dimensional Printing With Addition of Si₃N₄ Powder," *J. Manuf. Sci. Eng.*, vol. 131, no. 6, 2009, doi: 10.1115/1.4000335.
- [50] J. H. Tan, W. L. E. Wong, and K. W. Dalgarno, "An overview of powder granulometry on feedstock and part performance in the selective laser melting process," *Addit. Manuf.*, vol. 18, pp. 228–255, 2017, doi: 10.1016/j.addma.2017.10.011.
- [51] S. Vock, B. Klöden, A. Kirchner, T. Weißgärber, and B. Kieback, "Powders for powder bed fusion: a review," *Prog Addit Manuf*, vol. 4, no. 4, pp. 383–397, 2019, doi: 10.1007/s40964-019-00078-6.
- [52] W. Schatt, K.-P. Wieters, and B. Kieback, Eds., *Pulvermetallurgie: Technologien und Werkstoffe*, 2nd ed. Berlin: Springer, 2007.
- [53] C. Pleass and S. Jothi, "Influence of powder characteristics and additive manufacturing process parameters on the microstructure and mechanical behaviour of Inconel 625 fabricated by Selective Laser Melting," *Additive Manufacturing*, vol. 24, pp. 419–431, 2018, doi: 10.1016/j.addma.2018.09.023.
- [54] J. K. Prescott and R. A. Barnum, "On powder flowability," *Pharm. Technol.*, vol. 24, 60-84+236, 2000.
- [55] M. Krantz, H. Zhang, and J. Zhu, "Characterization of powder flow: Static and dynamic testing," *Powder Technol.*, vol. 194, no. 3, pp. 239–245, 2009, doi: 10.1016/j.powtec.2009.05.001.
- [56] D. Schulze, *Powders and Bulk Solids*. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2007.

- [57] E. C. Abdullah and D. Geldart, "The use of bulk density measurements as flowability indicators," *Powder Technology*, vol. 102, no. 2, pp. 151–165, 1999, doi: 10.1016/S0032-5910(98)00208-3.
- [58] L. Marchetti and C. Hulme-Smith, "Flowability of steel and tool steel powders: A comparison between testing methods," *Powder Technology*, vol. 384, pp. 402–413, 2021, doi: 10.1016/j.powtec.2021.01.074.
- [59] A. B. Spierings, M. Voegtlin, T. Bauer, and K. Wegener, "Powder flowability characterisation methodology for powder-bed-based metal additive manufacturing," *Progress in Additive Manufacturing*, vol. 1, 1-2, pp. 9–20, 2016, doi: 10.1007/s40964-015-0001-4.
- [60] A. Castellanos, J. M. Valverde, and M. Quintanilla, "The Sevilla Powder Tester: A Tool for Characterizing the Physical Properties of Fine Cohesive Powders at Very Small Consolidations," *KONA*, vol. 22, no. 0, pp. 66–81, 2004, doi: 10.14356/kona.2004011.
- [61] A. Lüddecke, O. Pannitz, H. Zetzener, J. T. Sehart, and A. Kwade, "Powder properties and flowability measurements of tailored nanocomposites for powder bed fusion applications," *Mater. Des.*, vol. 202, p. 109536, 2021, doi: 10.1016/j.matdes.2021.109536.
- [62] R. Freeman, "Measuring the flow properties of consolidated, conditioned and aerated powders — A comparative study using a powder rheometer and a rotational shear cell," *Powder Technology*, vol. 174, 1-2, pp. 25–33, 2007, doi: 10.1016/j.powtec.2006.10.016.
- [63] L. P. Lefebvre, J. Whiting, B. Nijikovsky, S. E. Brika, H. Fayazfar, and O. Lyckfeldt, "Assessing the robustness of powder rheology and permeability measurements," *Additive Manufacturing*, vol. 35, p. 101203, 2020, doi: 10.1016/j.addma.2020.101203.
- [64] W. B. James, *ASTM COMMITTEE B09 WORKSHOP ON POWDER CHARACTERISATION*. [Online]. Available: <https://www.meritics.com/mercury-scientific-revolution-astm-paper/>
- [65] L. Haferkamp *et al.*, "The Influence of Particle Shape, Powder Flowability, and Powder Layer Density on Part Density in Laser Powder Bed Fusion," *Metals*, vol. 11, no. 3, p. 418, 2021, doi: 10.3390/met11030418.
- [66] P. W. Cleary and M. L. Sawley, "DEM modelling of industrial granular flows: 3D case studies and the effect of particle shape on hopper discharge," *Appl. Math. Modell.*, vol. 26, no. 2, pp. 89–111, 2002, doi: 10.1016/S0307-904X(01)00050-6.
- [67] R. Engeli, T. Etter, S. Hövel, and K. Wegener, "Processability of different IN738LC powder batches by selective laser melting," *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 229, pp. 484–491, 2016, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2015.09.046.

- [68] B. Barthel, S. B. Hein, C. Aumund-Kopp, and F. Petzoldt, "Influence of Particle Size Distribution in Metal Binder Jetting – Effects on the Properties of Green and Sintered Parts," in *Euro PM2019*, Maastricht (Netherlands), 2019.
- [69] L. I. Escano *et al.*, "Revealing particle-scale powder spreading dynamics in powder-bed-based additive manufacturing process by high-speed x-ray imaging," *Sci. Rep.*, vol. 8, no. 1, p. 15079, 2018, doi: 10.1038/s41598-018-33376-0.
- [70] J. Schwedes, "Review on testers for measuring flow properties of bulk solids," *Granular Matter*, vol. 5, no. 1, pp. 1–43, 2003, doi: 10.1007/s10035-002-0124-4.
- [71] L. Marchetti, P. Mellin, and C. Neil Hulme, "Negative impact of humidity on the flowability of steel powders," *Part. Sci. Technol.*, pp. 1–15, 2021, doi: 10.1080/02726351.2021.1995091.
- [72] L. P. Lefebvre, J. Dai, Y. Thomas, and Y. Martinez-Rubi, "Metal powder flowability: effect of humidity and impact on the reproducibility of the measurements,"
- [73] H. P. Tang, M. Qian, N. Liu, X. Z. Zhang, G. Y. Yang, and J. Wang, "Effect of Powder Reuse Times on Additive Manufacturing of Ti-6Al-4V by Selective Electron Beam Melting," *JOM*, vol. 67, no. 3, pp. 555–563, 2015, doi: 10.1007/s11837-015-1300-4.
- [74] M. Mitterlehner, H. Danninger, C. Gierl-Mayer, and H. Gschiel, "Investigation of the Influence of Powder Moisture on the Spreadability Using the Spreading Tester," *Berg Huettenmaenn Monatsh*, vol. 166, no. 1, pp. 14–22, 2021, doi: 10.1007/s00501-020-01067-x.
- [75] A. Santomaso, P. Lazzaro, and P. Canu, "Powder flowability and density ratios: the impact of granules packing," *Chemical Engineering Science*, vol. 58, no. 13, pp. 2857–2874, 2003, doi: 10.1016/S0009-2509(03)00137-4.
- [76] P. Suri, R. P. Koseski, and R. M. German, "Microstructural evolution of injection molded gas- and water-atomized 316L stainless steel powder during sintering," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 402, 1-2, pp. 341–348, 2005, doi: 10.1016/j.msea.2005.01.004.
- [77] E. O. Olakanmi, "Effect of mixing time on the bed density, and microstructure of selective laser sintered (sls) aluminium powders," *Mater. Res.*, vol. 15, no. 2, pp. 167–176, 2012, doi: 10.1590/S1516-14392012005000031.
- [78] A. M. Elliott, P. Nandwana, D. Siddel, and B. G. Compton, "A Method for Measuring Powder Bed Density in Binder Jet Additive Manufacturing Process and the Powder Feedstock Characteristics Influencing the Powder Bed Density," in *Solid Freeform Fabrication Symposium, SSF 2016*, Austin, TX, 2016, pp. 1031–1037.

- [79] H. Y. Sohn and C. Moreland, "The effect of particle size distribution on packing density," *Can. J. Chem. Eng.*, vol. 46, no. 3, pp. 162–167, 1968, doi: 10.1002/cjce.5450460305.
- [80] H. Miyanaji, N. Momenzadeh, and L. Yang, "Effect of powder characteristics on parts fabricated via binder jetting process," *Rapid Prototyping J.*, vol. 74, pp. 332–342, 2018, doi: 10.1108/RPJ-03-2018-0069.
- [81] Y. Bai, G. Wagner, and C. B. Williams, "Effect of Particle Size Distribution on Powder Packing and Sintering in Binder Jetting Additive Manufacturing of Metals," *J. Manuf. Sci. Eng.*, vol. 139, no. 8, p. 81019, 2017, doi: 10.1115/1.4036640.
- [82] B. Liu, R. Wildman, C. Tuck, I. Ashcroft, and R. Hague, "Investigation the Effect of Particle Size Distribution on Processing Parameters Optimisation in Selective Laser Melting Process," 2011.
- [83] Y. S. Lee, P. Nandwana, and W. Zhang, "Dynamic simulation of powder packing structure for powder bed additive manufacturing," (in En;en), *Int J Adv Manuf Technol*, vol. 96, no. 1, pp. 1507–1520, 2018, doi: 10.1007/s00170-018-1697-3.
- [84] A. B. Yu, C. L. Feng, R. P. Zou, and R. Y. Yang, "On the relationship between porosity and interparticle forces," *Powder Technol.*, vol. 130, 1-3, pp. 70–76, 2003, doi: 10.1016/S0032-5910(02)00228-0.
- [85] A. Butscher, M. Bohner, S. Hofmann, L. Gauckler, and R. Müller, "Structural and material approaches to bone tissue engineering in powder-based three-dimensional printing," *Acta biomaterialia*, vol. 7, no. 3, pp. 907–920, 2011, doi: 10.1016/j.actbio.2010.09.039.
- [86] M. A. Balbaa, A. Ghasemi, E. Fereiduni, M. A. Elbestawi, S. D. Jadhav, and J.-P. Kruth, "Role of powder particle size on laser powder bed fusion processability of AlSi10Mg alloy," *Additive Manufacturing*, vol. 37, p. 101630, 2021, doi: 10.1016/j.addma.2020.101630.
- [87] L. Wang, Z. Zhou, E. Li, H. Shen, and A. Yu, "Powder deposition mechanism during powder spreading with different spreader geometries in powder bed fusion additive manufacturing," *Powder Technology*, vol. 395, pp. 802–810, 2022, doi: 10.1016/j.powtec.2021.10.017.
- [88] W. Nan *et al.*, "Jamming during particle spreading in additive manufacturing," *Powder Technol.*, vol. 338, pp. 253–262, 2018, doi: 10.1016/j.powtec.2018.07.030.
- [89] S. Haeri, "Optimisation of blade type spreaders for powder bed preparation in Additive Manufacturing using DEM simulations," *Powder Technol.*, vol. 321, pp. 94–104, 2017, doi: 10.1016/j.powtec.2017.08.011.

- [90] S. Haeri, Y. Wang, O. Ghita, and J. Sun, "Discrete element simulation and experimental study of powder spreading process in additive manufacturing," *Powder Technol.*, vol. 306, pp. 45–54, 2017, doi: 10.1016/j.powtec.2016.11.002.
- [91] A. Budding and T. Vaneker, "New Strategies for Powder Compaction in Powder-based Rapid Prototyping Techniques," *Procedia CIRP*, vol. 6, pp. 527–532, 2013, doi: 10.1016/j.procir.2013.03.100.
- [92] S. Spath and H. Seitz, "Influence of grain size and grain-size distribution on workability of granules with 3D printing," *Int J Adv Manuf Technol*, vol. 70, 1-4, pp. 135–144, 2014, doi: 10.1007/s00170-013-5210-8.
- [93] I. Rishmawi, M. Salarian, and M. Vlasea, "Tailoring Green and Sintered Density of Pure Iron Parts using Binder Jetting Additive Manufacturing," *Addit. Manuf.*, vol. 24, pp. 508–520, 2018, doi: 10.1016/j.addma.2018.10.015.
- [94] T. Niino and K. Sato, "Effect of powder compaction in plastic laser sintering fabrication," in *Solid Freeform Fabrication Symposium, SSF 2009*, Austin, TX, 2009, pp. 193–205. [Online]. Available: <http://utw10945.utweb.utexas.edu/2009TOC>
- [95] M. Li, X. Wei, Z. Pei, and C. Ma, "Binder jetting additive manufacturing: observations of compaction-induced powder bed surface defects," *Manuf. Lett.*, vol. 28, pp. 50–53, 2021, doi: 10.1016/j.mfglet.2021.04.003.
- [96] S. Cao, Y. Qiu, X.-F. Wei, and H.-H. Zhang, "Experimental and theoretical investigation on ultra-thin powder layering in three dimensional printing (3DP) by a novel double-smoothing mechanism," *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 220, pp. 231–242, 2015, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2015.01.016.
- [97] S. C. Ligon, R. Liska, J. Stampfl, M. Gurr, and R. Mülhaupt, "Polymers for 3D Printing and Customized Additive Manufacturing," *Chem. Rev.*, vol. 117, no. 15, pp. 10212–10290, 2017, doi: 10.1021/acs.chemrev.7b00074.
- [98] A. L. Maximenko, I. D. Olumor, A. P. Maidaniuk, and E. A. Olevsky, "Modeling of effect of powder spreading on green body dimensional accuracy in additive manufacturing by binder jetting," *Powder Technol.*, vol. 385, pp. 60–68, 2021, doi: 10.1016/j.powtec.2021.02.070.
- [99] H. Chen, Q. Wei, S. Wen, Z. Li, and Y. Shi, "Flow behavior of powder particles in layering process of selective laser melting: Numerical modeling and experimental verification based on discrete element method," *Int. J. Mach. Tools Manuf.*, vol. 123, pp. 146–159, 2017, doi: 10.1016/j.ijmachtools.2017.08.004.

- [100] H. Chen, Y. Chen, Y. Liu, Q. Wei, Y. Shi, and W. Yan, "Packing quality of powder layer during counter-rolling-type powder spreading process in additive manufacturing," *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, vol. 153, p. 103553, 2020, doi: 10.1016/j.ijmachtools.2020.103553.
- [101] J. Zhang, Y. Tan, X. Xiao, and S. Jiang, "Comparison of roller-spreading and blade-spreading processes in powder-bed additive manufacturing by DEM simulations," *Particuology*, vol. 66, pp. 48–58, 2022, doi: 10.1016/j.partic.2021.07.005.
- [102] J. Zhang, Y. Tan, T. Bao, Y. Xu, X. Xiao, and S. Jiang, "Discrete Element Simulation of the Effect of Roller-Spreading Parameters on Powder-Bed Density in Additive Manufacturing," *Materials*, vol. 13, no. 10, 2020, doi: 10.3390/ma13102285.
- [103] A. Farzadi, M. Solati-Hashjin, M. Asadi-Eydivand, and N. A. A. Osman, "Effect of Layer Thickness and Printing Orientation on Mechanical Properties and Dimensional Accuracy of 3D Printed Porous Samples for Bone Tissue Engineering," *PLOS ONE*, vol. 9, no. 9, e108252, 2014, doi: 10.1371/journal.pone.0108252.
- [104] G. Miao, W. Du, Z. Pei, and C. Ma, "Binder Jetting Additive Manufacturing of Ceramics: Analytical and Numerical Models for Powder Spreading Process," in *Print Proceedings Of The Asme 2019 14th International Manufacturing Science And Engineering Conference (MSEC2019): Volume 1*, Erie, Pennsylvania, USA, 2019.
- [105] Y. Shanjani and E. Toyserkani, "Material spreading and compaction in powder-based solid freeform fabrication methods: Mathematical modeling," in *Solid Freeform Fabrication Symposium, SSF 2008*, Austin, TX, 2008, pp. 399–410. [Online]. Available: <http://utw10945.utweb.utexas.edu/2008TOC>
- [106] W. Nan, M. Pasha, and M. Ghadiri, "Numerical simulation of particle flow and segregation during roller spreading process in additive manufacturing," *Powder Technology*, vol. 364, pp. 811–821, 2020, doi: 10.1016/j.powtec.2019.12.023.
- [107] S.-J. Lee, E. Sachs, and M. Cima, "Layer position accuracy in powder-based rapid prototyping," *Rapid Prototyping J.*, vol. 1, no. 4, pp. 24–37, 1995, doi: 10.1108/13552549510104447.
- [108] R. M. German, "Coordination number changes during powder densification," *Powder Technol.*, vol. 253, pp. 368–376, 2014, doi: 10.1016/j.powtec.2013.12.006.
- [109] J. F. Bredt, S. Clark, and G. Gilchrist, "Three dimensional printing material system and method," 2006 7087109.
- [110] A. Simchi, "The role of particle size on the laser sintering of iron powder," *Metall and Materi Trans B*, vol. 35, no. 5, pp. 937–948, 2004, doi: 10.1007/s11663-004-0088-3.

- [111] E. Sheydaeian, Z. Fishman, M. Vlasea, and E. Toyserkani, "On the effect of through-out layer thickness variation on properties of additively manufactured cellular titanium structures," *Addit. Manuf.*, vol. 18, pp. 40–47, 2017, doi: 10.1016/j.addma.2017.08.017.
- [112] W. Nan and M. Ghadiri, "Numerical simulation of powder flow during spreading in additive manufacturing," *Powder Technology*, vol. 342, pp. 801–807, 2019, doi: 10.1016/j.powtec.2018.10.056.
- [113] K. Lu and W. T. Reynolds, "3DP process for fine mesh structure printing," *Powder Technol.*, vol. 187, no. 1, pp. 11–18, 2008, doi: 10.1016/j.powtec.2007.12.017.
- [114] E. J. Parteli and T. Pöschel, "Particle-based simulation of powder application in additive manufacturing," *Powder Technol.*, vol. 288, pp. 96–102, 2016, doi: 10.1016/j.powtec.2015.10.035.
- [115] Y. Lee, P. Nandwana, and S. Simunovic, "Powder spreading, densification, and part deformation in binder jetting additive manufacturing," *Prog Addit Manuf*, 2021, doi: 10.1007/s40964-021-00214-1.
- [116] P. Gabriel, S. Höges, C. Schade, and K. Horvay, "Analysis Of The Influences On Densification Of Metal Binder Jetted Parts," in *Euro PM2020*, Online, 2020.
- [117] S. Shrestha and G. Manogharan, "Optimization of Binder Jetting Using Taguchi Method," *JOM (The Journal of The Minerals, Metals & Materials Society (TMS))*, vol. 69, no. 3, pp. 491–497, 2017, doi: 10.1007/s11837-016-2231-4.
- [118] H. Miyanaji, K. M. Rahman, M. Da, and C. B. Williams, "Effect of fine powder particles on quality of binder jetting parts," *Addit. Manuf.*, vol. 36, p. 101587, 2020, doi: 10.1016/j.addma.2020.101587.
- [119] K. Myers, A. Paterson, T. Iizuka, and A. Klein, "The Effect of Print Speed on Surface Roughness and Density Uniformity of Parts Produced Using Binder Jet 3D Printing," in *Solid Freeform Fabrication Symposium, SSF 2019*, Austin, TX, 2019, pp. 122–133. [Online]. Available: <http://utw10945.utweb.utexas.edu/2019-table-contents>
- [120] B. Utela, D. Storti, R. Anderson, and M. Ganter, "A review of process development steps for new material systems in three dimensional printing (3DP)," *J. Manuf. Processes*, vol. 10, no. 2, pp. 96–104, 2008, doi: 10.1016/j.jmapro.2009.03.002.
- [121] N. D. Parab *et al.*, "Real time observation of binder jetting printing process using high-speed X-ray imaging," *Sci. Rep.*, vol. 9, no. 1, 2019, doi: 10.1038/s41598-019-38862-7.

- [122] H. N. Emady, D. Kayrak-Talay, W. C. Schwerin, and J. D. Litster, "Granule formation mechanisms and morphology from single drop impact on powder beds," *Powder Technology*, vol. 212, no. 1, pp. 69–79, 2011, doi: 10.1016/j.powtec.2011.04.030.
- [123] Y. Bai, C. Wall, H. Pham, A. Esker, and C. B. Williams, "Characterizing Binder–Powder Interaction in Binder Jetting Additive Manufacturing Via Sessile Drop Goniometry," *J. Manuf. Sci. Eng.*, vol. 141, no. 1, p. 11005, 2019, doi: 10.1115/1.4041624.
- [124] N. B. Crane, "Impact of part thickness and drying conditions on saturation limits in binder jet additive manufacturing," *Addit. Manuf.*, vol. 33, p. 101127, 2020, doi: 10.1016/j.addma.2020.101127.
- [125] H. Miyanaji, S. Zhang, and L. Yang, "A new physics-based model for equilibrium saturation determination in binder jetting additive manufacturing process," *Int. J. Mach. Tools Manuf.*, vol. 124, pp. 1–11, 2018, doi: 10.1016/j.ijmactools.2017.09.001.
- [126] R. M. German, *Sintering: From empirical observations to scientific principles*. Oxford: Elsevier, 2014. [Online]. Available: <https://ebookcentral.proquest.com/lib/kxp/detail.action?docID=1633793>
- [127] H. Salmang and H. Scholze, *Keramik*. Dordrecht: Springer Berlin Heidelberg, 2007. [Online]. Available: <http://gbv.ebib.com/patron/FullRecord.aspx?p=323883>
- [128] W. Schatt and D. Schulze, *Sintervorgänge: Grundlagen*. Düsseldorf: VDI-Verlag GmbH, 1992.
- [129] R. M. German, *Sintering theory and practice*. New York: Wiley, 1996.
- [130] T. Rasp, T. Kraft, and H. Riedel, "Discrete element study on the influence of initial coordination numbers on sintering behaviour," *Scripta Materialia*, vol. 69, 11-12, pp. 805–808, 2013, doi: 10.1016/j.scriptamat.2013.09.003.
- [131] N. Lecis *et al.*, "Effects of process parameters, debinding and sintering on the microstructure of 316L stainless steel produced by binder jetting," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 828, p. 142108, 2021, doi: 10.1016/j.msea.2021.142108.
- [132] K. Kimes, K. Myers, A. Klein, M. Ahlfors, E. Stevens, and M. Chmielus, "Binder Jet 3D Printing of 316L Stainless Steel: Effects of HIP on Fatigue," *Microsc Microanal*, vol. 25, S2, pp. 2600–2601, 2019, doi: 10.1017/S1431927619013734.
- [133] S. Mirzababaei, B. K. Paul, and S. Pasebani, "Microstructure-property relationship in binder jet produced and vacuum sintered 316 L," *Additive Manufacturing*, vol. 53, p. 102720, 2022, doi: 10.1016/j.addma.2022.102720.

- [134] M. Boström, "Sintering response and mechanical properties of Binder Jetted MIM-Grade Osprey® 316L," online, May. 27 2020.
- [135] H. He, Y. M. Li, and P. Da Li, "Effect of Sintering Temperature and Atmosphere on Corrosion Behavior of MIM 316L Stainless Steel," *AMR*, 239-242, pp. 132–136, 2011, doi: 10.4028/www.scientific.net/AMR.239-242.132.
- [136] G. Veltl, T. Hartwig, F. Petzoldt, and H.-D. Kunze, "Investigations on Metal Injection Molding of 316L Stainless Steel," *Materials and Manufacturing Processes*, vol. 10, no. 3, pp. 425–438, 1995, doi: 10.1080/10426919508935036.
- [137] B. Berginc, Z. Kampus, and B. Sustarsic, "Influence of feedstock characteristics and process parameters on properties of MIM parts made of 316L," *Powder Metallurgy*, vol. 50, no. 2, pp. 172–183, 2007, doi: 10.1179/174329007X164862.
- [138] R. Frykholm, Y. Takeda, B.-G. Andersson, and R. Carlström, "Solid State Sintered 3-D Printing Component by Using Inkjet (Binder) Method," *J. Jpn. Soc. Powder Powder Metallurgy*, vol. 63, no. 7, pp. 421–426, 2016, doi: 10.2497/jjspm.63.421.
- [139] M. Li, W. Du, A. Elwany, Z. Pei, and C. Ma, "Metal Binder Jetting Additive Manufacturing: A Literature Review," *J. Manuf. Sci. Eng.*, vol. 142, no. 9, 2020, doi: 10.1115/1.4047430.
- [140] M. Ziaee and N. B. Crane, "Binder jetting: A review of process, materials, and methods," *Addit. Manuf.*, vol. 28, pp. 781–801, 2019, doi: 10.1016/j.addma.2019.05.031.
- [141] ExOne GmbH. [Online]. Available: https://www.exone.com/en-US/Innovent_metal_3D_printer_for_research_and_mfg
- [142] R. K. Roy, *A primer on the Taguchi method*, 2nd ed. Dearborn, Mich.: Soc. of Manufacturing Engineers, 2010.
- [143] Y. Wang and Y. F. Zhao, "Investigation of Sintering Shrinkage in Binder Jetting Additive Manufacturing Process," *Procedia Manuf.*, vol. 10, pp. 779–790, 2017, doi: 10.1016/j.promfg.2017.07.077.
- [144] H. Chen and Y. F. Zhao, "Process parameters optimization for improving surface quality and manufacturing accuracy of binder jetting additive manufacturing process," *Rapid Prototyping J.*, vol. 22, no. 3, pp. 527–538, 2016, doi: 10.1108/RPJ-11-2014-0149.
- [145] T.-J. Hsu and W.-H. Lai, "Manufacturing parts optimization in the three-dimensional printing process by the Taguchi method," *J. Chin. Inst. Eng.*, vol. 33, no. 1, pp. 121–130, 2010, doi: 10.1080/02533839.2010.9671604.

- [146] A. Du Plessis, I. Yadroitsev, I. Yadroitsava, and S. G. Le Roux, "X-Ray Microcomputed Tomography in Additive Manufacturing: A Review of the Current Technology and Applications," *3D Print. Addit. Manuf.*, vol. 5, no. 3, pp. 227–247, 2018, doi: 10.1089/3dp.2018.0060.
- [147] T. Dahmen, C. G. Klingaa, S. Baier-Stegmaier, A. Lapina, D. B. Pedersen, and J. H. Hattel, "Characterization of channels made by laser powder bed fusion and binder jetting using X-ray CT and image analysis," *Addit. Manuf.*, vol. 36, p. 101445, 2020, doi: 10.1016/j.addma.2020.101445.
- [148] Y. Zhu, Z. Wu, W. D. Hartley, J. M. Sietins, C. B. Williams, and H. Z. Yu, "Unraveling pore evolution in post-processing of binder jetting materials: X-ray computed tomography, computer vision, and machine learning," *Addit. Manuf.*, vol. 34, p. 101183, 2020, doi: 10.1016/j.addma.2020.101183.
- [149] T. Tancogne-Dejean, C. C. Roth, and D. Mohr, "Rate-Dependent Strength and Ductility of Binder Jetting 3D-printed Stainless Steel 316L: Experiments and Modeling," *International Journal of Mechanical Sciences*, p. 106647, 2021, doi: 10.1016/j.ijmecsci.2021.106647.
- [150] E. Stevens, S. Schloder, E. Bono, D. Schmidt, and M. Chmielus, "Density variation in binder jetting 3D-printed and sintered Ti-6Al-4V," *Addit. Manuf.*, vol. 22, pp. 746–752, 2018, doi: 10.1016/j.addma.2018.06.017.
- [151] D. Huber, L. Vogel, and A. Fischer, "The Effects of Sintering Temperature and Hold Time on Densification, Mechanical Properties and Microstructural Characteristics of Binder Jet 3D Printed 17-4 PH Stainless Steel," *Additive Manufacturing*, p. 102114, 2021, doi: 10.1016/j.addma.2021.102114.
- [152] A. Mostafaei, P. Rodriguez De Vecchis, I. Nettleship, and M. Chmielus, "Effect of powder size distribution on densification and microstructural evolution of binder-jet 3D-printed alloy 625," *Mater. Des.*, vol. 162, pp. 375–383, 2019, doi: 10.1016/j.matdes.2018.11.051.
- [153] E. Wheat, M. Vlasea, J. Hinebaugh, and C. Metcalfe, "Data related to the sinter structure analysis of titanium structures fabricated via binder jetting additive manufacturing," *Data in Brief*, vol. 20, pp. 1029–1038, 2018, doi: 10.1016/j.dib.2018.08.135.
- [154] S. Mirzababaei, B. K. Paul, and S. Pasebani, "Metal Powder Recyclability in Binder Jet Additive Manufacturing," *JOM*, 2020, doi: 10.1007/s11837-020-04258-6.
- [155] A. Simchi *et al.*, "Binder Jetting Additive Manufacturing Of Complex-Shaped Parts With Minimum Sintering Anisotropy," in *World PM2022*, Lyon (France), 2022.

- [156] P. Sperling, N. Achilles, T. Kuhnt, L. Reineke, and B. Barthel, "Evaluation Of Porosity In Metal Binder Jetting Due To Binder Application By Using X-ray CT," in *World PM2022*, Lyon (France), 2022.
- [157] A. Shad, R. Stache, and A. Rütjes, "Effects of fumed silica flow aids on flowability and packing of metal powders used in Binder-Jetting additive manufacturing process," *Mater. Des.*, p. 110253, 2021, doi: 10.1016/j.matdes.2021.110253.
- [158] K. M. Rahman, A. Wei, H. Miyajima, and C. B. Williams, "Impact of binder on part densification: Enhancing binder jetting part properties through the fabrication of shelled geometries," *Additive Manufacturing*, vol. 62, p. 103377, 2023, doi: 10.1016/j.addma.2022.103377.
- [159] M. Li, G. Miao, W. Du, Z. Pei, and C. Ma, "Difference between powder bed density and green density for a free-flowing powder in binder jetting additive manufacturing," *Journal of Manufacturing Processes*, vol. 84, pp. 448–456, 2022, doi: 10.1016/j.jmapro.2022.10.030.
- [160] L. Reineke, B. Barthel, and S. B. Hein, "Analysis Of Powder Characteristics And Powder-Binder-Interaction For Process Parameter Prediction In Metal Binder Jetting," in *World PM2022*, Lyon (France), 2022.
- [161] A. Cabo Rios, E. Hryha, E. Olevsky, and P. Harlin, "Sintering anisotropy of binder jetted 316L stainless steel: part I – sintering anisotropy," *Powder Metallurgy*, vol. 65, no. 4, pp. 273–282, 2022, doi: 10.1080/00325899.2021.2020485.

11 Abkürzungs- & Symbolverzeichnis

Symbol	Definition (Einheit)
AISI	American Iron and Steel Institute
AM	Additive Fertigung (englisch. Additive Manufacturing)
ASTM	American Society for Testing and Materials
BET	Messung der spezifischen Oberfläche nach Brunauer, Emmett & Teller
CAD	Computer aided Design
CT	Computertomographie
d_x	Partikelgröße bei der x % der Partikel kleiner sind als der angegebene Wert (in μm)
DIN	Deutsches Institut für Normung e.V.
df	Freiheitsgrade
EG	Effektgröße
EN	Europäische Norm
F-Wert	Streuung zwischen Stichprobenmittelwerten
f	relative Dichte
HF	Hausner-Faktor
ISO	International Organization for Standardization
λ	Wärmeleitfähigkeit (in $\text{W}/(\text{m}\cdot\text{K})$)
l_0	Abmessung des Grünteils (in mm)
l_s	Abmessung des Sinterteils (in mm)
m	Masse (in g)
MBJ	Metal Binder Jetting
MIM	Metallpulverspritzguss (englisch: Metal Injection Moulding)
MMC	Metallmatrix-Verbundwerkstoff (englisch: Metal Matrix Composite)
MS	mittlere Quadratsumme
N_c	Koordinationszahl
p-Wert	Wahrscheinlichkeitsmaß für die Anzeichen gegen die Annahme der Nullhypothese
QS	Quadratsumme
φ	Schwindung des Sinterteils (in %)
$\bar{\varphi}$	Normierte Schwindung des Sinterteils

ρ	Dichte
S/N	signal-to-noise;
SSV	Schichtstärkenverhältnis
T_s	Schmelztemperatur (in °C)

Publikationen des Autors zum Metal Binder Jetting

Publikationen

B. Barthel, F. Janas, S. Wieland, "Powder Condition and Spreading Parameter Impact on Green and Sintered Density in Metal Binder Jetting", Powder Metallurgy, 2021, 1–9. <https://doi.org/10.1080/00325899.2021.1912923>

A. Simchi, F. Petzoldt, T. Hartwig, S.B. Hein, B. Barthel, L. Reineke, "Microstructural development during additive manufacturing of biomedical grade Ti-6Al-4V alloy by three-dimensional binder jetting: material aspects and mechanical properties", Int J Adv Manuf Technol 127, 1541–1558 (2023). <https://doi.org/10.1007/s00170-023-11661-1>

Konferenzbeiträge

B. Barthel, S. B. Hein, C. Aumund-Kopp, F. Petzoldt, "Influence of Particle Size Distribution in Metal Binder Jetting – Effects on the Properties of Green and Sintered Parts", Euro PM2019, Maastricht, 2019.

B. Barthel, S. B. Hein, C. Aumund-Kopp, "Influence of Powder Particle Size in Metal Binder Jetting - Impact on Density and Process Chain", Fraunhofer DDMC, Berlin, 2020.

B. Barthel, M. Mirz, F. Petzoldt, "Process Development of Grade A11 High Carbon Tool Steel for Metal Binder Jetting", World PM2022, Lyon, 2022

B. Barthel, L. Reineke; S. Wieland, S. B. Hein, F. Petzoldt, "Pulververhalten beim Metal Binder Jetting", 41. Hagerer Symposium, Hagen, 2023

Studentische Arbeiten

In der vorliegenden Arbeit sind Ergebnisse enthalten, die im Rahmen der Betreuung folgender studentischer Arbeiten entstanden sind:

F. Janas, „Untersuchungen zum Einfluss des Pulverauftrags beim Metal Binder Jetting, Masterarbeit“, Universität Bremen, 2019.

L. Weißenhorn, „Untersuchungen zum Einfluss der Pulvereigenschaften beim Metal Binder Jetting“, Masterarbeit, Universität Bremen, 2021.

A. Anhang

Tabelle A-1: Experimentelle Daten und entsprechende S/N-Verhältnisse

Durchgang	A	B	C	D	E	Grünteildichte unkontrolliert		Grünteildichte getrocknet		Sinterdichte unkontrolliert		Sinterdichte getrocknet	
						Mittelwert [%]	S/N [dB]	Mittelwert [%]	S/N [dB]	Mittelwert [%]	S/N [dB]	Mittelwert [%]	S/N [dB]
						1	3	1	35	2	niedrig	52,2	34,3
2	0	2	0	0	niedrig	50,5	34,0	53,5	34,5	95,3	39,5	97,5	39,7
3	7	1	35			48,2	33,6	49,0	33,8	94,5	39,5	95,9	39,6
4	0	2	0	5	hoch	58,1	35,2	58,8	35,3	97,7	39,8	98,0	39,8
5	0	2	5	0	hoch	56,2	34,9	57,0	35,1	97,0	39,7	97,2	39,7
6	7	2	35		niedrig	56,2	34,9	57,2	35,1	97,7	39,8	97,8	39,8
7	0	0	0	5	niedrig	49,1	33,8	47,6	33,5	95,5	39,6	94,3	39,4
8	7	1	17			52,7	34,4	53,9	34,6	98,2	39,8	96,9	39,7
9	0	0	5	0	hoch	51,9	34,3	51,4	34,2	98,4	39,8	97,9	39,8
10	3	2	35	2	niedrig	54,3	34,6	53,8	34,6	98,2	39,8	96,8	39,7
11	0	0	0	0	hoch	44,5	32,9	47,7	33,5	92,7	39,3	95,2	39,5
12	7	1	35	2	niedrig	44,5	35,1	47,7	35,1	92,7	39,8	95,2	39,5
	0	2	0	0	niedrig	57,5	35,1	56,9	35,1	92,7	39,8	95,2	39,5
	3	2	17			57,5	35,1	56,9	35,1	98,2	39,8	97,0	39,7
	0	0	5	5	hoch	57,5	35,1	56,9	35,1	98,2	39,8	97,0	39,7

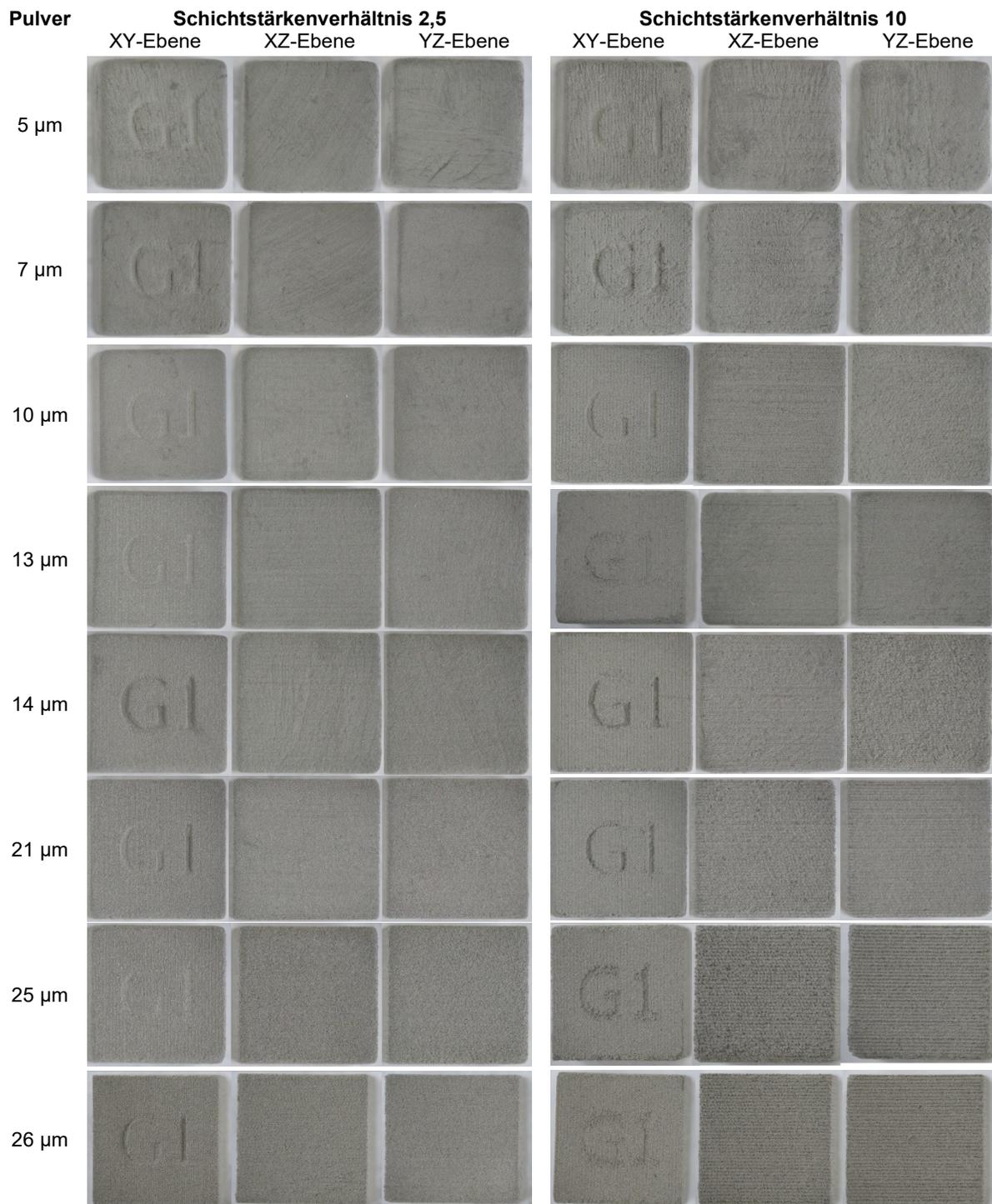


Abbildung A-1: Bilder der Grünteile für die Schichtstärkenverhältnisse 2,5 und 10 in allen Ebenen und für alle Pulver

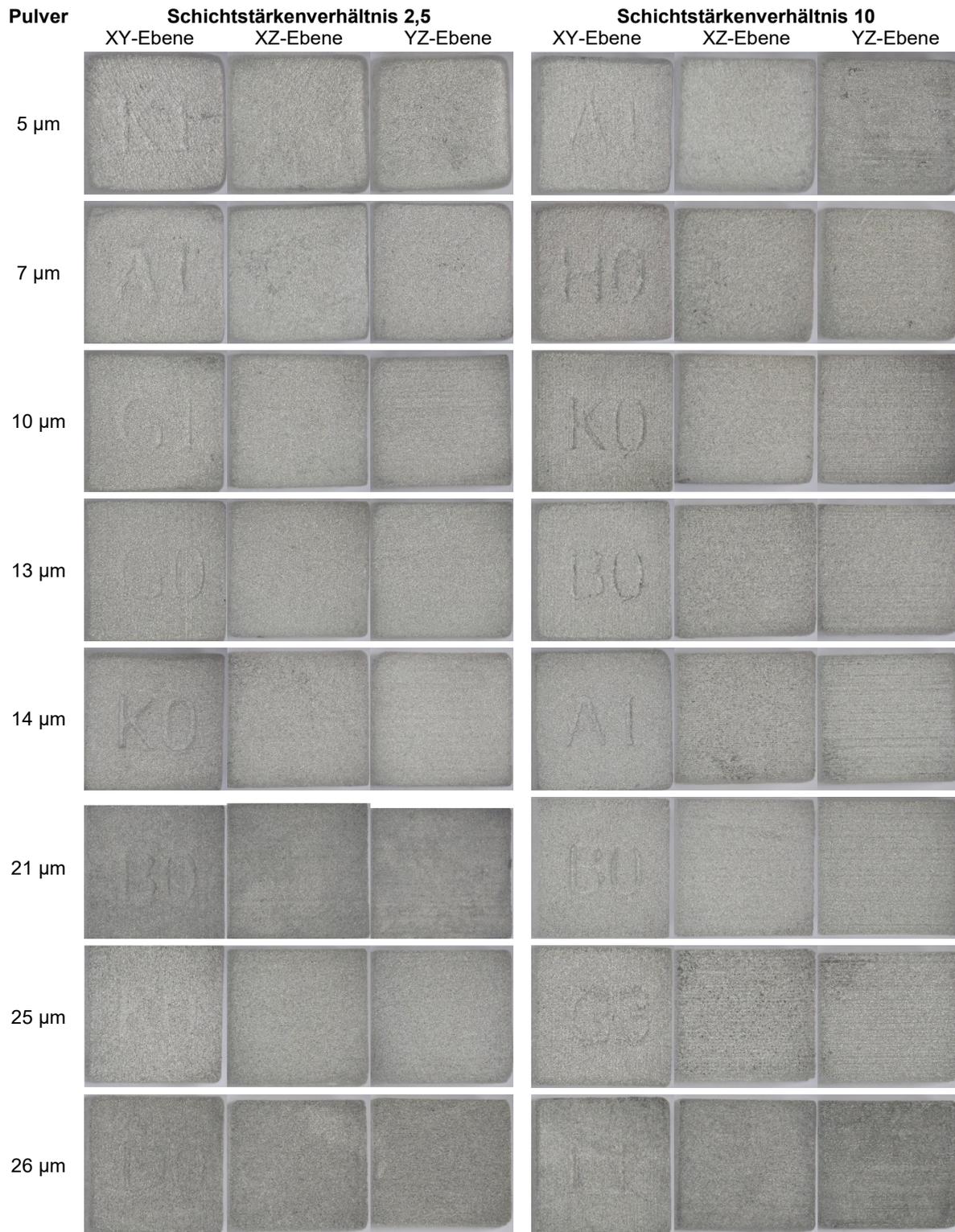


Abbildung A-2: Bilder der bei 1350 °C gesinterten Teile für die Schichtstärkenverhältnisse 2,5 und 10 in allen Ebenen und für alle Pulver